

VŠB - Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra Mechanické Technologie

Elektrolytické vylučování železa z vodných roztoků na bázi  
chloridů

Electrodeposition of Iron in Chloride Aqueous Solutions

Student:

Bc. Zdenek Hampl

Vedoucí diplomové práce:

Ing. Xenie Ševčíková

Ostrava 2011

## Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Zdenek Hampl**  
Studijní program: N2301 Strojní inženýrství  
Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie  
Téma: **Elektrolytické vylučování železa z vodných roztoků na bázi chloridů**  
**Electrodeposition of Iron in Chloride Aqueous Solutions**

### Zásady pro vypracování:

1. Současný stav technologií elektrolytického vylučování železa – literární rešerše, zhodnocení.
2. Návrh parametrů pro experimentální práce zaměřené na zkoušky chloridového elektrolytu.
3. Provedení experimentů včetně přípravy vzorků pro metalografické zkoumání železných povlaků.
4. Vyhodnocení výsledků.

### Seznam doporučené odborné literatury:

BARTL, D. O., MUDROCH, O. *Technologie chemických a elektrochemických povrchových úprav, I. Díl*. 1. vyd., Praha SNTL 1956  
CYRUS, Z., CHOCHOLOUŠEK, J., KRISTOFORY, F. a VÍTEK, J. *Kurz galvanizérů I*. Učební texty a návody do cvičení, 1. vyd. Ostrava: VŠB-TU Ostrava, 1996, 144 s.  
RUML, V., SOUKUP, M. *Galvanické pokovování*. SNTL Praha 1981  
SAFRANEK, W. H. Iron and Iron Alloys. In *The Properties of Electrodeposited Metals and Alloys*. 2nd. Ed., AESF Orlando, Florida 1986, p. 195  
DETTNER, H. W. & ELZE, J. *Handbuch der Galvanotechnik, Band II.* München: Carl Hanser Verlag, 1972, s. 444

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **Ing. Xenie Ševčíková**

Konzultant diplomové práce: Ing. Pavel Nejedlý

Datum zadání: 17.12.2010

Datum odevzdání: 23.05.2011

prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.  
vedoucí katedry



prof. Ing. Radim Farana, CSc.  
děkan fakulty

### **Prohlášení studenta**

Prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 20. 5. 2011



.....  
podpis

### **Prohlašuji, že**

- jsem byl seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. – autorský zákon, zejména §35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a §60 – školní dílo.
- беру на ве́домі, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že jeden výtisk diplomové práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB-TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на ве́домі, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.



V Ostravě 20. 5. 2011

.....  
podpis

Jméno a příjmení autora práce: Bc. Zdenek Hampl

Adresa trvalého pobytu autora práce: Hoštejn 27, 78901

## ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

HAMPL, Z. *Elektrolytické vylučování železa z vodných roztoků na bázi chloridů: diplomová práce*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra povrchového inženýrství, 2011, 92 s. Vedoucí práce: Ing. Xenie Ševčíková.

Tato diplomová práce se zabývá problematikou elektrolytického vylučování povlaků železa z chloridové lázně. V úvodu je zmíněn základní princip elektrolytického vylučování kovu, hloubková účinnost lázně fyzikální a mechanické vlastnosti povlaku. Dále je provedeno zhodnocení současného stavu elektrolytického vylučování Fe a návrh parametrů pro experimentální část práce. Druhá část diplomové práce je zaměřena na experimentální zkoušení chloridové lázně. Zde je sledováno vnitřní napětí povlaků, v závislosti na teplotě chloridové lázně a proudových hustotách. Na elektrolyticky vyloučených povlacích se provádí zhodnocení vyloučených tlouštěk Fe povlaku. V závěru této práce jsou navrženy alternativní řešení technologického postupu a výběr nejoptimálnějších pracovních kritérií chloridové lázně, při kterých vykazuje výsledný Fe povlak nejlepších výsledků.

## ANNOTATION OF THESIS

HAMPL, Z. *Electrodeposition of Iron in Chloride Aqueous Solutions: Master Thesis*. Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Working and assembly Theses, 2011, 92 s. Thesis head: Ing. Xenie Ševčíková.

This thesis deals with the elimination of electrolytic iron coatings from chloride bath. The introduction mentions the basic principle of elimination of electrolytic metal bath depth effectiveness of physical and mechanical properties of the coating. It is an assessment of the current state of the electrolytic iron excretion and design parameters for the experimental part. The second part of the thesis is focused on experimental testing of chloride bath. Here is monitored by the internal stress of coatings, depending on the chloride bath temperature and current density. The electrolytic coatings excluded assessments are done Excluded Fe coating thickness. In conclusion, this work is proposed alternative solutions to technological progress and the choice of the optimal performance criteria chloride bath, where the resulting Fe film shows the best results.

# Obsah

	strana
Seznam použitých zkratk a symbolů .....	9
0 Úvod .....	11
1 Cíle práce .....	12
2 Základní princip elektrolytického vylučování kovů .....	13
2.1 Faradayovy zákony .....	14
2.2 Fyzikální děje probíhající při galvanickém pokovování .....	16
2.3 Složení pokovovacích roztoků .....	17
2.4 Hloubková účinnost lázně .....	17
2.5 Krystalická stavba povlaku .....	18
2.6 Tepelně technické, elektrické a technologické veličiny a podmínky .....	20
2.7 Vnitřní napětí povlaků .....	22
3 Zhodnocení současného stavu elektrolytického vylučování Fe .....	24
3.1 Pracovní podmínky pro elektrolytické vylučování Fe .....	24
3.2 Složení chloridové lázně a pracovní podmínky .....	25
3.3 Fyzikální charakteristika Fe povlaku .....	27
3.4 Tvrdost Fe povlaku .....	28
3.5 Příprava, údržba a kontrola elektrolytu .....	28
3.6 Anody pro Fe povlaky .....	30
3.7 Zařízení pro Fe pokovování .....	30
4 Experimentální část .....	31
4.1 Návrh experimentu pro elektrolytické vylučování Fe povlaku .....	31
4.2 Parametry elektrolytického vylučování Fe povlaku: .....	31
4.3 Přístroje a zařízení potřebné k experimentu: .....	32
4.4 Metoda měření vnitřního napětí na IS-metru .....	32
4.4.1 Popis přístroje .....	32

4.4.2	Zkušební vzorky .....	33
4.4.3	Volba předpětí vzorku .....	33
4.4.4	Postup měření na IS-metru.....	33
4.5	Vyhodnocení naměřených hodnot.....	35
4.6	Tloušťka Fe povlaků.....	36
4.7	Příprava vzorků pro pozorování světelnou mikroskopií .....	37
4.8	Zkušební pásek.....	38
5	Vyhodnocení experimentu:.....	39
5.1	Fotografická dokumentace pokovených vzorků .....	40
5.1.1	Vizuální dokumentace Fe povlaků na zkušebních vzorcích 1 – 16 .....	40
5.1.2	Vizuální dokumentace Fe povlaků na zkušebních vzorcích 17 – 32.....	41
5.2	Výpočet vnitřního napětí .....	43
5.2.1	Příklad výpočtu: .....	43
5.2.2	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 93°C.....	44
5.2.3	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 80°C.....	45
5.2.4	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 70°C.....	46
5.2.5	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 50°C.....	47
5.2.6	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 93°C s úpravou elektrolytu	48
5.2.7	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 80°C s úpravou elektrolytu	49
5.2.8	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 70°C s úpravou elektrolytu	50
5.2.9	Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 50°C s úpravou elektrolytu	51
5.3	Měření tloušťky vyloučené Fe vrstvy.....	52
6	Grafy a shrnutí naměřených hodnot.....	84
6.1	Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu 2A/dm <sup>2</sup> .....	84
6.2	Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu 5A/dm <sup>2</sup> .....	85
6.3	Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu 7A/dm <sup>2</sup> .....	86
6.4	Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu 10A/dm <sup>2</sup> .....	87

7 Závěr.....	89
8 Seznam použité literatury .....	90



## Seznam použitých zkratk a symbolů

<b>Značka</b>	<b>Název</b>	<b>Jednotka</b>
$A_e$	elektrochemický ekvivalent	[ g.C-1 ]
$A_v$	molekulová nebo atomová hmotnost	[ g.mol-1 ]
$E$	odporová polarizace	[ V ]
$F$	Faradayovo číslo	[ C.val-1 ]
$G$	hmotnost vyloučeného kovu	[ g ]
$I$	pokovovací proud	[ A ]
$I_k$	proudová hustota	[ A.dm-1 ]
$R$	ohmický odpor elektrolytu	[ W ]
$i$	intenzita el. proudu	[ A ]
$l$	pokovovaná délka pásku	[ mm ]
$m_{Fe}$	teoretická hmotnost povlaku	[ g ]
$m_k$	hmotnost vyloučeného kovu	[ g ]
$m_1$	hmotnost pásku před pokovením	[ g ]
$m_2$	hmotnost pásku po pokovení	[ g ]
$pH$	záporný dekadický logaritmus aktivity vodíkových iontů $H_3O^+$	
$s$	měrná hmotnost vyloučeného kovu	[ g/cm <sup>3</sup> ]
$s$	šířka zkušebního pásku	[ mm ]
$r$	proudový výtěžek	[ % ]
$t$	tloušťka povlaku	[ μm ]
$t$	teplota	[ °C ]
$v_n$	nukleární rychlost	[ - ]
$v_r$	krystalizační rychlost	[ - ]
$x$	vzdálenost	[ mm ]

$\delta$	vnitřní napětí povlaku	[ MPa ]
$\Delta l$	prodloužení	[ $\mu\text{m}$ ]
$\tau_k$	doba vylučování povlaku	[ min ]
$\rho_{Fe}$	hustota	[ g/cm <sup>3</sup> ]
$\eta$	katodická proudová účinnost	[ % ]
$\tau$	doba vylučování povlaku o tl. = 8 $\mu\text{m}$	[ min ]

## 0 Úvod

Elektrolyticky vyloučené Fe povlaky nejsou vhodnou protikorozní ochrany povrchů. Své opodstatnění uplatnění, však nachází v oblastech povrchových úprav zaměřujících se na zvyšování kvality přilnavosti a jsou rovněž využívány jako případné difuzní bariéry. Využití tohoto povlaku je především vhodnou alternativou z hlediska ekonomického, nízké náklady provozních chemikálií a komponentů. Nevýhodou procesu je vysoká energetická zátěž. Provozní teploty elektrolytů se pohybují v oblastech 90 – 100 °C.

Elektrolytické železnění má praktické užití v průmyslu polygrafickém, a to především pro pokovování tiskových desek a matric. Další uplatnění pro tuto technologii vzhledem k vlastnostem železa je především při renovacích opotřebovaných nebo poddimenzovaných strojních součástí. V neposlední řadě nelze opomenout použití Fe povlaku jako podkladovou vrstvu pro nanesení ušlechtlejších kovů. Jako příklad lze uvést proces nanášení Ni – Fe. Chloridové lázně, na které je tato práce zaměřena, pracují poměrně s vysokými pracovními teplotami.

## 1 Cíle práce

Cílem diplomové práce je navržení a experimentální ověření alternativní technologie galvanického vylučování Fe povlaků. Tato technologická úprava galvanického procesu, by měla splňovat podmínky energetické úspory, zachovávat mechanické a fyzikální vlastnosti vyloučeného Fe povlaku. Dalším limitujícím faktorem, kterým se během testování budeme zabývat, je vnitřní pnutí povlaků, které může negativním způsobem ovlivnit výsledný pokovovací efekt. Složení elektrolytů, nastavení proudových hustot a teplot lázní, jejichž provoz by umožnil energetickou úsporu, budou srovnávány a vyhodnocovány souběžně s postupem standardním v praxi doposud aplikovaným při vylučování vrstev Fe povlaků z chloridových lázní.

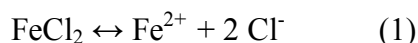
Následné ověření mechanických vlastností Fe povlaků vyloučených dle navržených parametrů bude hodnoceno a dokumentováno vizuálně a pomocí světelné metalografie.

Měření parametrů pro stanovení napětí povlaků, výpočty a grafická znázornění, budou přehledným výstupem této diplomové práce umožňujícím objektivní posouzení srovnávaných technologií a metodik.

## 2 Základní princip elektrolytického vylučování kovů

Základy galvanického vylučování kovů vysvětluje aplikovaná elektrochemie. Mechanismus elektrolytického vylučování kovů, lze vysvětlit pochody solí ve vodních roztocích. Při rozpuštění anorganický solí ve vodě se nám zruší krystalová mřížka těchto solí a nastává elektrolytická disociace, při které se nově vzniklé ionty začnou volně pohybovat. [1]

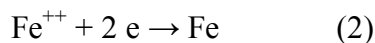
Např.:



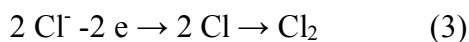
Kladně nabité ionty uvolněné elektrolytickou disociací mají nedostatek elektronů, naopak záporně nabité ionty mají nadbytek elektronů. Elektrický náboj iontů vzniklý rozpouštěním solí ve vodním roztoku dovoluje, aby tento roztok vedl elektrický proud. Stejnosměrný proud lze do roztoku přivést dvěma elektrodami. Jedna z nich má kladný náboj a nazývá se anoda, druhá má naopak záporný náboj a nazývá se katoda. Po zavedení stejnosměrného proudu do roztoku, jsou záporně nabité ionty, které se nazývají anionty, přitahovány ke kladně nabitě elektrodě, ionty nesoucí kladný náboj se nazývají kationty a jsou přitahovány k záporné elektrodě. Kladně nabité kationty se na katodě spojují s elektrony katody, přitom vzniká buď elektro neutrální atomy, nebo kationty nižšího mocenství (dochází k redukci kationtů). Stejně tak záporně nabité anionty předávají své přebytečné elektrony kladně nabitě anodě, přičemž vzniká rovněž elektro neutrální látka nebo iont o vyšším mocenství (dochází k oxidaci aniontů). Těmto pochodům se souhrnně říká elektrolýza. [1]

Pochody při elektrolýze roztoku chloridu železnatého lze popsat rovnicemi:

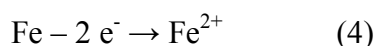
na katodě:



na anodě:



Z hlediska galvanického vylučování kovů je důležité, že na katodě se začne vylučovat kovové železo. Výše uvedená anodická reakce probíhá pouze tehdy, pokud je anoda tvořena inertním (nerozpustným) materiálem, nebo je-li kovová anoda v tzv. pasívním stavu. V galvanotechnické praxi je žádoucí použití tzv. rozpustných kovových anod tvořených kovem shodným s kovem vylučovaným na katodě, v našem případě železem. Pak dochází na anodě k anodické oxidaci atomů kovu (železa) a k přechodu kladně nabitých částic kovu do roztoku dle reakčního schématu. [1]



Nachází – li se v roztoku rozpuštěné soli několika kovů, vylučují se tyto kovy na katodě postupně za sebou tak, že se zprvu vylučují kovy s nejkladnějšími potenciály (ušlechtilé kovy) a posléze pak kovy méně ušlechtilé. Teoreticky by tedy bylo možno vylučovat z vodních roztoků pouze kovy ušlechtilejší než je vodík (Cu, Ag, Au apod.), prakticky tomu tak ale není, protože potenciály, při nichž se ve skutečnosti vodík na jednotlivých kovech vylučuje, jsou mnohem zápornější, než je teoreticky nulový potenciál vodíku. Rozdíl mezi skutečným potenciálem vylučování a teoretickým vodíkovým potenciálem se nazývá vodíkové přepětí. Hodnoty vodíkových přepětí na jednotlivých kovech jsou různé, na řadě kovů jsou tak negativní, že umožňují vylučování kovu na katodě. Potenciály vylučování jednotlivých kovů jsou pro různá prostředí rozdílné, a proto také vztahy mezi potenciály kovů a přepětím vodíku budou rozdílné. [1]

Mohou nastat tyto případy:

- z roztoku se bude vylučovat pouze kov (z galvanotechniky ideální případ, v praxi ovšem těžce dosažitelné)
- z roztoku se bude vylučovat pouze vodík (pro galvanování nepoužitelné)
- z roztoku se bude vylučovat kov i vodík (nejčastější případ)

## 2.1 Faradayovy zákony

Jako první se kvantitativní stránkou elektrolýzy zabýval M. Faraday. Přesněji se zabýval rozkladem vodných roztoků elektrickým proudem a objevil, že při elektrolýze platí přesné vztahy mezi množstvím el. proudu prošlého roztokem a mezi množstvím přeměněné látky.

Množství různých látek vyloučených na elektrodách stejným elektrickým množstvím, jsou přímo úměrné jejich chemickým ekvivalentům. Faraday zjistil, že k vyloučení 1 gramu ekvivalentu je zapotřebí 96 487 Columbů. Toto množství el. náboje označil jako 1 Faraday. [1]

Obecně platí vztah:

$$A_e = \frac{A_v}{M \cdot F} \quad (5)$$

Při většině galvanických pochodů se na katodě vylučuje kov a vodík, na anodě se rozpouští kov a vylučuje kyslík. Při pokovování nás především zajímá množství el. proudu, které se využije přímo na rozpouštění kovů proudem. Tento jev označujeme jako proudový výtěžek lázně. [1]

Jedná-li se o katodický děj, pak:

$$\text{katodický výtěžek v \%} = \frac{\text{skut. množství vyloučeného kovu}}{\text{množství vypočtené dle prošlých Ah}} \cdot 100 \quad (6)$$

Obdobně se vypočte i anodický proudový výtěžek.

Při různých galvanických pochodech nám kolísá proudový výtěžek od několika procent do 100%. Např. chromování je v rozmezí 8 – 25%, při niklování 88 – 95%, při mědění v kyselé lázni až 100%. Hodnoty anodického výtěžku se pohybují mezi 70 – 100%. [1]

Známe-li katodický a anodický proudový výtěžek, můžeme vypočíst hmotnost kovu v gramech, který se vyloučí nebo rozpustí za určitou dobu, a tudíž zde můžeme prakticky využít Faradayovy zákony, které lze vyjádřit vztahem:

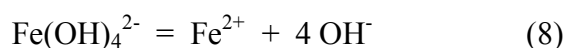
$$G = A_e \cdot i \cdot t \cdot r \quad (7)$$

## 2.2 Fyzikální děje probíhající při galvanickém pokovování

Během elektrolýzy vzniká v lázni sekundární galvanický článek, jehož napětí je orientováno proti vloženému napětí. Tento jev se nazývá polarizace elektrod (v podstatě odpor systému elektroda-elektrolyt k probíhajícímu elektrochemickému pochodu). Napětí potřebné k dosažení určitého pokovovacího proudu je třeba zvýšit o tuto hodnotu. Činitelé odstraňující, nebo potlačující polarizaci se nazývají depolarizátory. Bývají to zejména: optimální teplota, pohyb lázně nebo zboží, případně chemické depolarizátory. [1]

Polarizaci je možné rozdělit na jednotlivé složky, které se posléze navzájem sčítají:

- koncentrační polarizace - koncentrace iontů se nám mění v těsné blízkosti elektrod (u katody vyloučené ionty ubývají, naopak u anody se hromadí uvolněné ionty kovu). Změny jsou podmíněny pomalou difúzí příslušných iontů, ruší se tedy zvýšenou difúzí a konvekcí (mícháním lázně a zvýšením její teploty). [1]
- odporová polarizace - rozhraní elektroda-elektrolyt má určitý ohmický odpor. Potencionální spád na tomto rozhraní ( $E=I.R$ ) je označován jako odporová polarizace, snížení polarizace lze dosáhnout pomocí zvýšení vodivosti elektrolytu.
- chemická polarizace - anionty a kationty jsou ve vodním roztoku nejčastěji hydratovány. Pro vyloučení se musí iont uvolnit (dehydratovat), obdobně je tomu u iontů vázaných v komplexu:



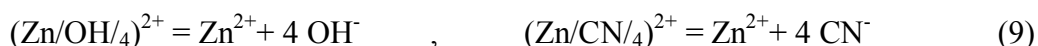
Uvolnění iontů se děje pomocí nízké rychlosti (brzdí chemickou reakci). Polarizaci lze snížit tak, že zvýšíme teplotu elektrolytu. Mícháním elektrolytu se chemická polarizace nemění. [1]

Minimální potřebné napětí pro nepřetržité vybíjení iontů stejnosměrným proudem a tím pádem k nepřetržitému rozkladu elektrolytu, tj. k vykompenzování a minimálnímu překročení polarizace elektrod, je tzv. rozkladné napětí. K dosažení potřebné proudové hustoty je současně nutný další přírůstek napětí, jež je dán součinem pokovovacího proudu a ohmického odporu elektrolytu. [1]



## 2.3 Složení pokovovacích roztoků

Složení všech pokovovacích roztoků je velice rozmanité, ale jedno mají společné a to, že složení lázní musí být co nejstálější, tzn., že nemůže nastat samovolný rozpad účinných složek lázní. Velice důležitá je hodnota pH lázně, která nám určuje rozmezí alkality nebo kyselosti. Ve středních oblastech pH se používají chemické látky s vlastnostmi, které udržují stálou hodnotu pH (např. kyselina boritá atd..). V Galvanické lázni s vysokým obsahem kyselin, nelze pokovovat některé neušlechtilé kovy, neboť se při katodovém napětí intenzivně rozpouští (nelze např. chromovat zinek). Složení lázně musí v první řadě zaručit dokonalou rozpustnost anod. Na anodách nesmí také dojít k tvorbě oxidační vrstvy (pasivaci), která by zhoršovala její rozpustnost. Kovová složka kyselých lázní, je ve formě jednoduchých kationtů. V alkalických lázních bývá kov vázán ve formě komplexního aniontu. Tato forma vazby kovu je velice pevná. Vylučování kovu je docíleno disociací komplexního aniontu na volný kovový kationt, např. pro alkalické zinkovací lázně dle rovnic:



Na formě, v jaké se vylučuje kov z roztoku, závisí především krystalická struktura vylučovaných povlaků. Z galvanických lázní sestavených z jednoduchých solí, dostáváme velice hrubé povlaky, které jsou zapříčiněny nízkou polarizací katod. Zato z roztoků, ve kterých je kationt vázán v komplexním aniontu, dostáváme povlak jemnozrnný, neboť polarizace katod je vysoká. [2]

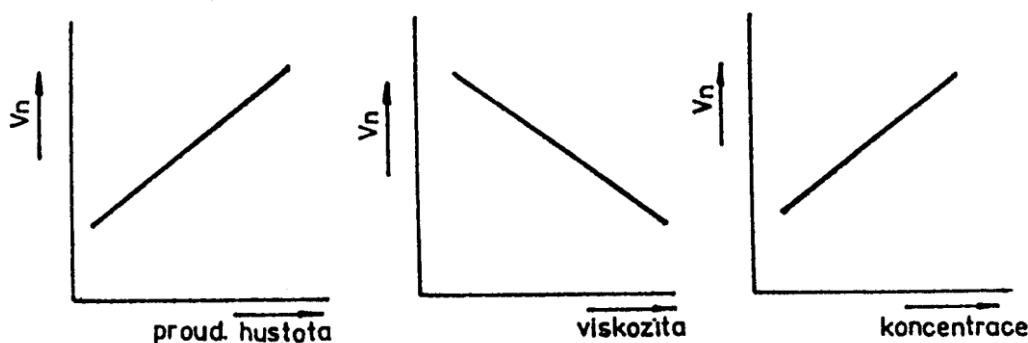
## 2.4 Hloubková účinnost lázně

Je schopnost galvanické lázně vyloučit stejnou tloušťku povlaku na všech místech povrchu pokovovaného předmětu. Mezi lázně s výbornou hloubkovou účinností, patří lázně obsahující komplexní soli (kyanidové). U roztoků obsahující jednoduché soli, se vylučují povlaky nestejnoměrné tloušťky, a proto se na výstupcích či hranách usazují tlustší vrstvy, než na rovných plochách. Nejhorší hloubkovou účinnost mají chromovací lázně, které opět souvisí s různým charakterem polarizací katod v jednotlivých typech pokovovacích lázní. [2]

## 2.5 Krystalická stavba povlaku

Tento proces závisí na rychlosti tvoření krystalových zárodků (nukleí-  $v_n$ ) a také na krystalizační rychlosti ( $v_r$ ). Z důvodu dosažení jemnozrnných povlaků je nutno dbát, aby rychlost krystalových center byla velká a krystalizační rychlost malá. To lze regulovat pomocí proudové hustoty, přísadami, teplotou lázně a reverzačním zapojením. První zárodky krystalů vznikají na aktivních centrech (trhlínky, geometrické výčnělky).

Po vyloučení těchto center (např. leštěním), se zvýší spontánní krystalizační rychlost. Tuto rychlost elektrolýzy podstatně ovlivňuje: proudová hustota, viskozita a také koncentrace iontů vyloučeného kovu v elektrolytu (**Obr. 1**). [2]



**Obr. 1** Závislost nukleační rychlosti  $v_n$  na podmínkách elektrolýzy [2]

Při překročení optimálních hodnot pro určitou lázeň, nám vzniknou povlaky hrubě krystalické ev. s nízkou přilnavostí. Některé organické látky koloidního charakteru, které se přidávají do galvanických lázní, následkem své absorpční schopnosti obalují jednotlivá krystalizační centra na katodovém kovu a tím pádem zabrání narůstání rozměrných krystalů. Do této skupiny látek patří i tzv. leskutvorné přísady, jejichž účinek na vylučující kov je tak velký, že je možno vylučovat lesklé povlaky přímo z lázně. [2]

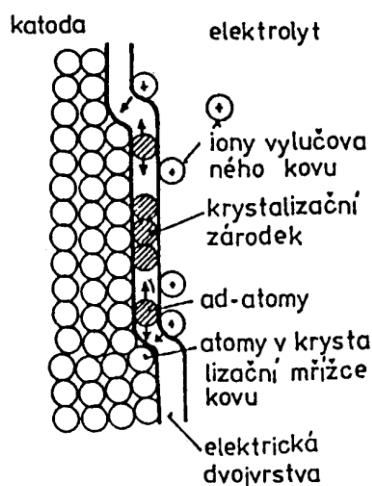
Galvanické povlaky lze z hlediska průběhu krystalizace rozdělit do těchto tří skupin:

- povlaky charakteristické krystalickými dvojčaty
- povlaky s periodickou tvorbou krystalizačních zárodků s omezeným růstem krystalů

- povlaky s lineární rychlostí krystalizace  $v_{r2}$  (kolmo na povrch), které jsou tvořeny vláknitými resp. sloupkovitými krystalitami

Elektrokrystalizace kovového povlaku probíhá ve čtyřech stupních (**Obr. 2**):

- transportní reakce kationtů vylučovaného kovu k povrchu katody cestou difúze a migrace
- přestup iontů fázovým rozhraním elektrolyt-elektroda spojeným s desolvací a reakce s elektrony za vzniku vylučovaného kovu
- difúze adsorbovaných atomů k místům, kde se zabudují do krystalické mřížky (vznik krystalizačních zárodků)
- růst krystalitů vylučovaného kovu



**Obr. 2** Schéma elektrokrystalizace [2]

Krystalizační proces je do určité míry také ovlivněn krystalickou stavbou podkladového kovu, na který je povlak vylučován. Dle tohoto je možno rozeznat dva druhy vazeb povlaku na základní kov:

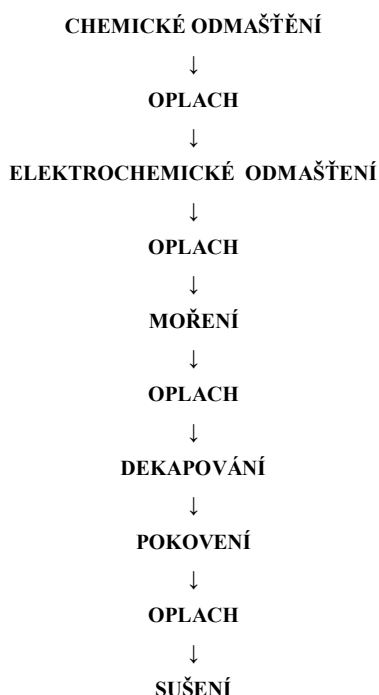
- koherentní
- slitinový

Fyzikální vlastnosti vyloučených kovových povlaků je značně odlišný od kovů vzniklých metalurgickou cestou. Tyto změny souvisí nejen se strukturou vylučovaného kovu, ale i s dalšími látkami současně vylučovanými.

Velice nepříjemnou vlastností galvanických povlaků je jejich pórovitost a vnitřní napětí. [2]

## 2.6 Tepelně technické, elektrické a technologické veličiny a podmínky

Pracovní podmínky jsou především charakterizovány teplotou lázně, zabezpečením zvolených mezních stavů hladiny a také účinným mícháním. Z elektrických veličin jsou pro nás důležité hodnoty proudu, napětí a proudové hustoty. Sledování a kontrolování všech technologických podmínek a v první řadě složení lázní, významně ovlivňuje optimalizaci jakosti a produktivity (proudový výtěžek, vylučovací rychlost, hloubkovou účinnost, vyrovnávací schopnost). Důležité je proto dodržení všech těchto podmínek, především ve vzájemných vztazích, nebo i nezávisle na sobě. Základní schéma technologického postupu galvanického pokovování lze vidět na (**Obr. 3**). [2]



**Obr. 3** Základní schéma technologického postupu

**Chemické odmaštění** – je souhrnný název pro odstranění všech druhů ulpěných nečistot z povrchu. Nečistoty jsou vázány buď fyzikální adsorpcí (látky tukového charakteru), nebo adhezními silami (anorganické nečistoty, prach, kovové třísky). Úkolem odmaštění je odstranění ulpěných nečistot z povrchu a jejich převedení do roztoku či emulze. [2]

Odmaštění lze rozdělit do tří základních postupů:

- odmašťování emulzní
- odmašťování v organických rozpouštědlech
- ve vodných alkalických roztocích

**Elektrochemické odmaštění** – je v podstatě alkalické odmašťování za použití elektrického proudu. Plyny, které se vytvářejí na elektrodách, ruší adhezni síly, které vážou nečistoty na povrchu kovu a odtrhují je od něho. Účelem tohoto odmaštění je odstranit poslední zbytky nečistot, které zbyly po hrubém odmaštění ve formě monomolekulární vrstvy. Toto odmaštění je také poslední nezbytnou operací před vlastním pokovením. [2]

Podle způsobu zapojení můžeme rozdělit elektrolytické odmaštění na:

- katodické
- anodické
- katodicko – anodické (reversní)

**Oplachy** – jsou velmi důležité mezi jednotlivými operacemi, resp. při závěru celé technologie.

Při manipulaci předmětů z jednotlivých lázní, vznikají jednak ztráty lázně vynesením na povrchu ev. v dutinách předmětů. Dále je také možnost sekundárního znečištění plovoucími nečistotami na hladině lázní. Oplachy, mají velký vliv na kvalitu a stav jednotlivých lázní a tím pádem i ekonomii provozu. Podle teploty oplachové vody, rozeznáváme oplachy studené a teplé, které dodávají předmětu teplo a tím pádem se rychleji osuší. [2]

Oplachy, lze uskutečnit různými způsoby:

- **Oplach postřikem** - je nevhodný, neboť je zde vysoká spotřeba vody. Používá se u velkých výrobků.
- **Oplach ve vaně** - s občasnou výměnou vody. Tento oplach není dokonalý, neboť voda se obohacuje o vynášenou lázeň a tím se brzy znehodnotí.
- **Oplach ve vaně** - s jednoduchou výměnou vody. Tento způsob bývá nejčastěji používaným způsobem
- **Dvoustupňový oplach** - s protiproudovou výměnou vody, bývá nejvhodnějším typem oplachu.

**Moření** – je metoda, při níž odstraníme z povrchu kovu korozi. Moření provádíme chemickým nebo elektrochemickým způsobem. Nejčastěji používáme kyseliny a kyselé soli, méně často se moření provádí alkalickými činidly.

Při moření ocelí a litin se mořením odstraňují okuje vzniklé při ohřevu k tváření za tepla a rzi, která vzniká působením atmosféry za běžných podmínek. K odstranění okují z výrobků, které byly válcovány či žíhány se nejčastěji používá kyselina sírová  $H_2SO_4$ . Tato kyselina má několik výhod, které spočívají v nízké ceně, malé spotřebě a nízké exhalaci okolí. Kyselina sírová vniká póry či trhlinami do vrstvy okují a rozpouští oxid železnatý  $FeO$  a kovový prach.

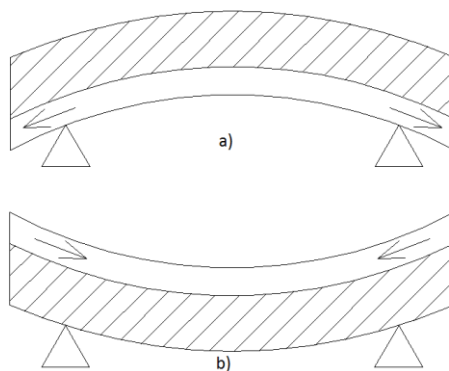
Důležitým faktorem při moření je koncentrace a teplota lázně. Nejčastěji se používají lázně o koncentraci 10 až 20 % a teplotách 40 až 70°C. Doba moření je závislá na struktuře a tloušťce okují a za uvedených podmínek trvá obvykle 10 až 30 minut. Při provozu, lázně ztrácí svoji účinnost, klesá její koncentrace, ale naopak stoupá obsah železa. [2]

Dále se k moření používá kyselina chlorovodíková. Její koncentrace je obvykle 10 až 20%. Horní hranice koncentrace by se neměla překročit, neboť prudce stoupá exhalace chlorovodíku. Mezi další používané kyseliny, patří kyselina chlorovodíková. Nejčastěji se používá před galvanickými pochody, smaltováním a také před cínováním.

Volba technologického postupu závisí převážně na druhu lázně, stavu povrchu zboží a technologickém vybavením galvanovny. Galvanické provozy jsou specifické vzhledem k vysoké energetické náročnosti, prací s jedy, louhy a kyselinami. [2]

## 2.7 Vnitřní napětí povlaků

Vnitřní napětí je typické pro většinu galvanických povlaků. Příčinou vzniku vnitřního napětí je především deformace v krystalové mřížce vylučovaného kovu. V důsledku vnitřního napětí, kdy se nově vytvořený povlak snaží zvýšit, nebo naopak zvětšit svůj objem, vzniká orientované působení namáhání v celém povlaku. Napětí jsou tahová a tlaková (**Obr. 4**). Převažující tahový charakter napětí, nám zvyšuje odolnost vůči otěru. Naopak převažující tlakový charakter zvyšuje pevnost povlaku. [3]



**Obr. 4** Důsledek tlakového (a) a tahového napětí (b)

Velikost zjištěného vnitřního napětí umožňuje odhadnout některé mechanické vlastnosti povlaku. Při velkém vnitřním napětí ovlivňuje křehkost povlaku a může vést až k mechanickému porušení či ke vzniku trhlin v povlaku.

Hodnota vnitřního napětí je ovlivňována celou řadou pracovních podmínek, kde se především se jedná o teplotu, složení lázně a proudovou hustotu.

#### **Rozdělení vnitřního napětí:**

Podle rozsahu v němž vnitřní napětí působí, lze napětí rozdělit do tří skupin:

- **Napětí prvního druhu** – často jsou označovány jako makropnutí, které působí v celém objemu vzorku nebo jeho částí. Toto napětí má svůj původ v mikroskopických nebo makroskopických nehomogenitách. Velikost oblastí tohoto napětí přesahuje 1mm.
- **Napětí druhého druhu** - působí především v oblasti krystalů a zrn. Toto napětí působí v mnohem menším rozsahu (od 0,5 do 1  $\mu\text{m}$ )
- **Napětí třetího druhu** - působí na úrovni atomových skupin. Vliv napětí zasahuje oblasti do 0,5  $\mu\text{m}$

### 3 Zhodnocení současného stavu elektrolytického vylučování Fe

V našem průmyslu se způsob elektrolytického vylučování železa vyskytuje poměrně málo. Největší rozvoj této technologie bylo v SSSR. Železné povlaky vytvořené elektrolyticky se nehodí jako ochranné vrstvy vůči korozi, ani jako dekorativní povlaky i přes to, že vyloučený kov je chemicky velice čistý. Využití tohoto povlaku je především pro aplikace, které závisí na vhodných fyzikálních vlastnostech železa a také jeho nízké ceně.

Nejdůležitější vlastností elektrolyticky vyloučeného železa je především jeho křehkost a tvrdost, která je způsobena vodíkem ve formě hydridu. Jeho obsah se pohybuje řádově na 1g vyloučeného Fe 1 až 8 ml  $H_2$ .

Elektrolytické železnění má praktické užití v průmyslu polygrafickém, a to především pro pokovování tiskových desek a matric. Další uplatnění této technologie, vzhledem k dobrým vlastnostem železa, je při renovaci opotřebovaných nebo poddimenzovaných strojních součástí. Dále se tímto povlakem upravuje litina před dalším pokovením cínem, nebo zinkem. [4]

#### 3.1 Pracovní podmínky pro elektrolytické vylučování Fe

Při elektrolytickém vylučování železných povlaků je třeba dbát na několik základních podmínek, které mohou být vodítkem pro zvolení vhodné lázně a pracovního postupu.

- Zvyšující se teplota lázně se negativně projevuje ve snížení tvrdosti železného povlaku. Rozdíl  $5^{\circ}C$  nám způsobí změnu v tvrdosti o 40 HV.
- Zvýšením kyselosti lázně docílíme zmenšení tvrdosti a zlepšíme i plastičnost vyloučeného železa. Naopak zmenšením koncentrace volné kyseliny se zvětší tvrdost patrně tím, že vzroste obsah hydratovaných alkalických sloučenin železa inkorporovaných do povlaku.



- Železo by mělo být v lázni jenom v dvoumocné formě. Trojmocné železo snižuje katodový výtěžek (redukce z trojmocné formy místo z dvoumocné) a zhoršuje jakost vyloučeného kovu. Sklon lázně k oxidaci  $\text{Fe}^{++} \rightarrow \text{Fe}^{+++}$  je tím větší, čím větší bude teplota a pH.
- V železici lázni je velice důležité udržovat přebytek volné kyseliny jednak z důvodu již uvedeného a také proto, že čím teplejší je lázeň, tím rychleji probíhá hydrolyza železité a železnaté soli.
- Zvětšením teploty elektrolytu je také možno zvýšit použitou proudovou hustotu. Např. pracuje-li lázeň při  $80^\circ\text{C}$  se  $7\text{A/dm}^2$ , lze při teplotě  $105^\circ\text{C}$  použít  $20\text{A/dm}^2$ .
- Se vzrůstající teplotou, jak již bylo zmíněno dříve, se snižuje katodová polarizace a i množství vyloučeného vodíku, tím pádem se zvyšuje katodový proudový výtěžek a zmenšuje se obsah vodíku obsaženého v povlaku. [4]

Literatura uvádí pro elektrolytické vylučování železa nejčastěji lázně chloridové, které pracují při teplotě  $90^\circ\text{C}$ . Dále se používají směsné lázně síran-chloridové a síranové. Zkoušeny byly také lázně na bázi fluoroboritanu, sulfamátu a jejich směsi se síranem.

### 3.2 Složení chloridové lázně a pracovní podmínky

Chloridové lázně pracují zpravidla se silně koncentrovanými roztoky, s vysokými teplotami a velkými proudovými hustotami znázorněné v tabulce 1. Výhoda těchto lázní je nízká náchylnost k oxidaci, než je tomu u lázní síranových. Dále jsou mnohem hospodárnější, protože výtěžky i rychlost nanášení jsou větší.

Vysokou teplotou je skoro zcela potlačena katodová polarizace a tedy i vylučování vodíku, proto se z chloridových lázní získává měkké železo. Pro získání silných vrstev povlaku je velice důležitá účinnost lázně. V tabulce je uvedena síla vyloučeného železa v mm při aplikaci dané proudové hustoty. Nelze také opomíjet nezbytné míchání a filtraci. [4]

**Tabulka 1** Složení chloridové lázně

<b>Chlorid vápenatý g/l</b>	<b>Chlorid železnatý g/l</b>	<b>Chlorid sodný g/l</b>	<b>Kyselina solná g/l</b>	<b>Proudová účinnost</b>	<b>Teplota lázně °C</b>	<b>Proudová hustota A/dm<sup>2</sup></b>
200	400	-	0,2 - 0,5	90 - 95	90 - 100	10 - 15
500	400	-	0,3 - 0,5	90 - 95	90 - 100	10 - 20
-	500	950	2 - 3,5	90 - 95	95	10 - 25
-	700 - 800	-	3 - 4	90 - 95	100 - 105	20 - 40

Rozpustnost železných anod je veliká a přesahuje 100% proudové účinnosti. Je tedy důležité, aby plocha anod dosahovala 75% plochy katody. Anody musí být zhotoveny z velmi čistého železa s minimálním obsahem uhlíku, síry a fosforu. Pro vylučování silných povlaků je to naprosto nezbytné. Obsah uhlíku v anodách je důvodem nárůstků nejenom na hranách, ale také na ploše katody. Toto se především projevuje při vysokých proudových hustotách. Při provozu železicí lázně se anody pokrývají šlemovitou vrstvou a na dno z nich odpadá práškovitý kov. Ten je volnou kyselinou v lázni rozpouštěn a jeho udržování na dané hodnotě je potřebné pro rovnováhu obsahu kovu v roztoku. Efektivní ochranou proti odpadávání kalů z anod je ochrana anod kyselinovzdornou filtrační plachetkou. [4]

- Železná anoda musí být obalena filtrační kyselinovzdornou plachetkou.
- Železná anoda se do železicí lázně klade těsně před pracovním procesem.
- Chloridové železicí lázně jsou velice agresivní, a proto je nezbytné při každém přerušení anody z lázně vyjmout. Zajistíme tak rovnováhu obsahu kovu v lázni.
- Při pracovním procesu je důležité míchat elektrolytem. Zde se dá použít laboratorní mechanické míchadlo zhotovené z kyselinovzdorných materiálů.
- Důležité je také filtrování lázně.
- Po časovém intervalu 4 hodin kontrolujeme pH lázně a náležitě upravujeme.
- Katoda se musí zavěšovat pod el. proudem. V praxi se osvědčilo zavěšování tím způsobem, že zavěšený hák katody je napevno spojen s katodovou tyčí a tím je zajištěno požadovaného kontaktu.
- Velice důležité je také udržování hladiny elektrolytu ve stejné výšce.

### 3.3 Fyzikální charakteristika Fe povlaku

Mechanické a fyzikální vlastnosti s pohledu elektrolytického vylučování popsal Claves a Thomson. V tabulce 2 je souhrn mechanických vlastností, které názorně vyjadřují vztahy mezi provozními podmínkami a vlastnostmi elektrolytického povlaku. Vlastnosti jsou téměř shodné s vlastnostmi vyloučeného niklu. Lze konstatovat, že povlaky jak ze železa, tak i z niklu, mají minimální pevnost v tahu, napětí a také tvrdosti, pokud jsou tyto povlaky vyloučeny z lázní s pH kolem 4, vlastnosti se nám zvyšují. [5]

Dále bylo zjištěno, že povlaky ze síranových lázní jsou těžší než povlaky, které vyprodukujeme z chloridové lázně. Tvrdost povlaku vyloučeného ze sírano-chloridové lázně, bude srovnatelná s povlakem vyloučeným z chloridové lázně. Tvrdost a pevnost v tahu Fe povlaku je závislá na teplotě. Se stoupající teplotou se nám tyto vlastnosti snižují. Vazba tvrdosti na proudové hustotě u síranových elektrolytů je taková, že při zvyšování proudové hustoty se tvrdost povlaku zvyšuje. U ostatních typů lázní pro elektrolytické vylučování Fe je závislost obecná. [5]

Pokud povlak zahříváme na teplotu v rozmezí teplot 200-300°C, nemá teplota podstatný vliv na vlastnosti povlaku. Při zahřívání povlaku nad teploty vyšší jak 300°C dochází ke snižování tvrdosti, až na původní hodnotu míry. [5]

**Tabulka 2** Provozní podmínky

Typ lázně	Provozní podmínky						
	pH	Napětí kg/cm <sup>2</sup>	Proudová hustota A/dm <sup>2</sup>	Napětí v tahu kg/cm <sup>2</sup>	Tvrdost dle Brinella	Prodloužení %	Teplota °C
Chloridové lázně	-	-	6	3900	-	20	90
	-	795	6	5450	-	-	88
	-	610	12	4750	-	-	93
	-	3650	6	-	-	-	65
Síranové lázně	3,4	-	0,5	-	263	-	20
	3,4	-	2	-	354	-	20
	4,4	-	0,5	-	182	-	19
Sírano- chloridové lázně	5,6	-	6,5	-	780	-	43
	3,5	-	6,5	-	500	-	43

### 3.4 Tvrdost Fe povlaku

U povlaku s pevností v tahu pod 550 MPa se tvrdost pohybuje v rozmezí 1100 – 2000 HV. Tvrdost povlaku s pevností v tahu větší jak 700 MPa se pohybuje od 3100 HV do 3700 HV. Tvrdší povlaky s velice malou tažností, lze vyloučit při teplotách elektrolytu nižším jak 65°C, nebo za pomoci přidání přísad, jako např.: kyselina mravenčí, kyselina octová, nebo glycerin. [4]

Bylo dokázáno, že tvrdost železného povlaku můžeme do jisté míry ovlivnit provozními podmínkami, za kterých budeme Fe povlak vylučovat. Vysoká proudová hustota v mezích od 10 do 40 A/dm<sup>2</sup> v kombinaci s nízkou teplotou lázně od 20 do 50°C, lze produkovat tvrdost od 40HV do 1100 HV. [4]

Dosažení lepší tvárnosti Fe povlaku, lze dosáhnout tepelným zpracováním povlaku. Jedná se především o žihání. Žihací teplota nemusí mít pozitivní účinek, při kterém se bude zvyšovat tvrdost povlaku. Experimentálně byl zaznamenán průběh tvrdosti Fe povlaku, při proudové hustotě 6,4 A/dm<sup>2</sup>, v síranové lázni o teplotě 43°C. Žiháním na teplotu 650°C, se nám tvrdost povlaku snížila z původních 390 HV na 180 HV. U fluoboratových lázní, lze pozorovat pokles tvrdosti při žihání. Žiháním povlaku při teplotách 700 až 750°C se obsah vodíku v Fe povlaku vyloučeném v síranových lázních snížil z 0,019 na 0,0001%. [4]

### 3.5 Příprava, údržba a kontrola elektrolytu

Soli železa, taktéž činidla tříd solí, by měly obsahovat velké množství trojmocného železa. U nově připravené lázně je vhodné snížit obsah trojmocných iontů. Toho docílíme přidáním železných třísek či drátů do lázně, společně s vhodnou kyselinou s nižším obsahem pH a to kolem 0,5. Tato úprava lázně vyžaduje dobu 24 – 48 hod. Během této doby je doporučeno přidávat do lázně další kyseliny pro zachování nízké hodnoty pH. Dokončení úpravy složení lázně poznáme podle zabarvení roztoku, který by měl být jasně zelený, bez jakéhokoliv žlutého zabarvení.

Při nečinnosti lázně je vhodné, aby obsahovala menší nadbytek kyseliny, která nám zabraňuje oxidaci. Vzhledem k tomu, že přebytek kyseliny je velmi rychle vyčerpán reakcemi s anodou, je nutno anody z lázně vyjmout, pokud nebudeme s lázní pracovat déle

než jeden den. Gumové kostky plovoucí na hladině lázně, snižují oxidaci a zároveň udržují teplo.

U velice horké lázně se používají polyethylenové částčky, nebo duté koule z polypropylenu, které plní stejnou funkci jak kostky gumy. [5]

Lázně pro železnění jsou podobné lázním niklovacím. Malé množství kovových, či organických nečistot, může způsobit velké namáhání, hrubý povlak a křehkost povlaku. Nově připravené lázně proto vyžadují čištění, které je vhodné realizovat po redukci složení lázně. Organické nečistoty se odstraňují absorpcí na aktivitní uhlí, které je následně z lázně odfiltrováno. Pokud dodržujeme hodnotu pH v lázni v rozmezí od 5.0 – 5.5, docílíme tím odstranění znečišťujících látek, jaké jsou např. sraženiny hydroxidů. PH můžeme ovlivnit přidáním sodíku, draslíku, nebo hydroxidu amonného. Vysoká hodnota pH se nedoporučuje při úpravě roztoků pro více koncentrované chloridové a fluoroboritanové lázně. Z důvodu velmi rychlé oxidace dvojmocného železa, která začne srážením trojmocného železa hydroxidové skupiny. Kovové nečistoty, jako je například: olovo, měď a nikl, jsou z lázně odstraněny tzv. selektivním čištěním tj. elektrolýzou, při průměrné katodové proudové hustotě  $0,5 \text{ A/dm}^2$  s vlnitou katodou.

Je velice málo informací, co způsobují konkrétní nečistoty v lázni. Pokud je v chloridové lázni více jak  $0,2 \text{ g/l}$  zinku, nastane nadměrné napětí v povlaku. Na rozdíl od toho, zinek obsažen v horké chloridové lázni nic nezpůsobuje. Horké chloridové lázně dále vykazují nízké limity tolerancí nečistot, mezi které patří: měď, olovo, arsen, cín a molybden. Dále bylo u horkých chloridových lázní zjištěno, že při koncentraci mědi a olova nad  $0,1 \text{ g/l}$  nebo niklu a kobaltu nad  $0,2 \text{ g/l}$ , může mít za následek větší drsnost a menší účinnost lázně při proudové hustotě pod  $2,5 \text{ A/dm}^2$ . Všeobecně platí, že stále pracující elektrolyty mají tendenci setrvat bez takové koncentrace nečistot, které by byly škodlivé. [5]

Kontrola pH je velice důležitá. Nejpohodlněji se pH měří skleněnou elektrodou. Často se využívá k měření kolorimetrických metod. Tyto metody bývají často zatíženy chybou až  $0,5 \text{ pH}$ , což je způsobeno použitím solí v lázni. Pracujeme-li s hodnotou pH pod  $3,5$ , obsah kyseliny v lázni se zvolna snižuje, a proto je anodová účinnost větší než katodová. Důležité je tedy doplňovat kyselinu k udržení pH. Při vysokých hodnotách pH, se katodová a anodová účinnost blíží 100%. [5]

### 3.6 Anody pro Fe povlaky

Často se využívají železné anody vyšší čistoty jako např. AREMA (ČSN 12013). Téměř všechny anody se rozpouštějí při vysoké účinnosti, ale také může dojít k vyprodukování nerozpustných zbytků, které nám v lázni vytvoří kal a nepříznivě nám ovlivní výsledný povlak. Takto získaný povlak bude hrubý, proto je velice vhodné používat anody, které budou obaleny ve filtračních materiálech. Materiálem byl kdysi tkaný - „Africký azbest“, skelné tkaniny nebo kameninové clony. V dnešní době se nejvíce používají polypropylenové tkaniny. Ty mají značnou chemickou odolnost a trvanlivost ve všech používaných lázních a především se používají pro horké chloridové lázně. Při použití kontinuální filtrace se nemusí používat anody obalené do filtračních obalů. [5]

### 3.7 Zařízení pro Fe pokovování

Téměř všechny roztoky pro Fe povlaky, nejsou agresivní vůči materiálu pokovovacích van a pomocných zařízení. Výjimku tvoří alkalické lázně, pro které musíme použít kyselinovzdorný materiál. Zařízení, které se využívá pro kyselé moření, je také vhodné pro nanášení železných povlaků. Keramické zařízení, sklo a skleněné vložky jsou odolné proti korozi v chloridových a síranových lázních, ale nejsou dostatečné pro komerční využití, pokud nemají preventivní opatření k tepelným a mechanickým šokům na povrchu. Čerpadla volíme s ohledem na dostatečnou odolnost vůči kyselým roztokům při vysokých teplotách. Konstruovány jsou především z materiálu, který je napuštěn uhlíkem, dále můžeme volit teflon, titan nebo polypropylen. V určitých případech může být teplo vytvořené pokovovacím proudem dostatečné. To snižuje aplikaci topných tělísek, které jsou ostatně konstruovány především z titanu, chemicky odolného skla nebo materiálu upraveného tenkou teflonovou vrstvou. [5]

## 4 Experimentální část

### 4.1 Návrh experimentu pro elektrolytické vylučování Fe povlaku

Cílem experimentu je dosažení kvalitně vyloučeného Fe povlaku z chloridové lázně galvanickým procesem. Předmětem zkoumání je vliv změn parametrů galvanického železnění. Chloridové lázně všeobecně pracují za vysokých teplot lázní, to ovšem není z ekonomického hlediska příznivé, proto je důležité najít takové parametry, které by dosáhly kvalitního povlaku a nízkých vnitřních napětí za nižších teplot chloridové lázně.

Na začátku experimentální práce budou navrženy parametry pro následné zkoumání chloridového elektrolytu. Po vyloučení první série vzorků proběhne úprava chloridového elektrolytu. Při vylučování se bude měřit vnitřní napětí v Fe povlaku u zkušebních vzorků, které budou vystaveny navrženým parametrům. Následně se provede i matematický výpočet napětí.

Posléze se ověří tloušťka vyloučeného Fe povlaku. Pro hodnocení bude zvolena destruktivní metoda výbrusu. Vyhodnocení tloušťky se provede na optickém mikroskopu. Závěrem se provede zhodnocení naměřených hodnot a zhodnocení získaných poznatků.

### 4.2 Parametry elektrolytického vylučování Fe povlaku:

**Tabulka 3** Výchozí složení chloridového elektrolytu a navržené technologie:

FeCl <sub>2</sub> (g/l)	CaCl <sub>2</sub> (g/l)	Proudová hustota (A/dm <sup>2</sup> )	Teplota lázně °C	pH
250	150	2, 5, 7, 10	93, 80, 70, 50	1,5

**Tabulka 4** Upravené složení chloridového elektrolytu a navržené technologie:

FeCl <sub>2</sub> (g/l)	CaCl <sub>2</sub> (g/l)	Proudová hustota (A/dm <sup>2</sup> )	Teplota lázně °C	pH
300	200	2, 5, 7, 10	93, 80, 70, 50	1,5

### **4.3 Přístroje a zařízení potřebné k experimentu:**

- IS-metr
- Zkušební vzorky – pásky
- Termostat typ GD120
- Napájecí stejnosměrný zdroj STANDARD 310
- Laboratorní váha typ Mettler Toledo Clasic AB204-S
- Stopky
- Speciál Star 50
- Vídeňské vápno
- Chloroform p. a
- Vata
- Destilovaná voda
- Gumové rukavice

### **4.4 Metoda měření vnitřního napětí na IS-metru**

Princip měření spočívá ve vyloučení zkušební povlaku na nepjatý tenký vzorek. Vnitřní napětí v povlaku vyvolávají prodlužování, nebo zkracování vzorku. Pro měření se používá velice citlivý úchylkoměr. Z naměřené délkové změny vzorku se vypočte vnitřní napětí ve vyloučeném povlaku.

#### **4.4.1 Popis přístroje**

Is-metr se skládá ze tří hlavních částí. Do spodní části se upíná zkušební vzorek a rám se vzorkem se při měření ponoří do zkušební lázně ve svislé poloze. Ve střední části přístroje je umístěno zařízení pro vyvolání dostatečného předpětí zkušební vzorku. Dále se zde nachází krycí váleček z plexiskla pro ochranu střední části přístroje před korozním vlivem výparů a aerosolu z lázně. Do horní část přístroje, se upíná úchylkoměr ve svislé poloze. Tato část je také ochráněna krytem z plexiskla.



Pro přesné upnutí zkušební vzorku se dodává k přístroji upínací přípravek. Drážky přípravku, jsou dimenzovány pro páskové vzorky o šířce  $10 \pm 0,1$  mm a drátové vzorky  $\varnothing 0,5$  mm.



**Obr. 5 IS-metr**

#### **4.4.2 Zkušební vzorky**

Používají se drátové, nebo páskové vzorky o délce 250 mm. Tloušťka vzorku se volí podle předpokládané velikosti vnitřního napětí. S klesající tloušťkou vzorku, stoupá citlivost měření. Nejčastěji se volí tloušťka pásku 0,05 mm, šířka pásku nám měření neovlivňuje. Vhodná šířka pásku je  $10 \pm 0,1$  mm a pro drátové zkušební vzorky jsou od  $\varnothing 0,2$  do  $\varnothing 0,5$  mm. Zkušební vzorek musí být před upnutím do Is - metru rovný, nedeformovaný anebo jinak poškozený.

#### **4.4.3 Volba předpětí vzorku**

Předpětím vzorku se zabraňuje negativnímu prohýbání vzorku během procesu pokovení a překonává se měrný tlak na úchylkoměru. Předpětí nám neovlivňuje velikost délkových změn vzorku vyvolaných vnitřním napětím v povlaku. Při srovnávacích měřeních se doporučuje volit stejné předpětí. Síla předpětí se volí podle dokonalosti (rovnosti) vzorku, jeho průřezu a velikosti vnitřního napětí.

#### **4.4.4 Postup měření na IS-metru**

Mezi první operaci patří příprava zkušebních pásků. Ta spočívá v upravení délky pásku pro vložení do IS-metru. Dále následuje odmaštění pásků pomocí vaty a chloroformu p. a. Poté se vzorky nechají vyschnout. Po vyschnutí se opět očistí, aby byly dokonale vyčištěny. Vizuálně pásky zkontrolujeme, zda jsou rovné, nedeformované nebo jinak poškozené. Jednotlivé pásky zvážíme na laboratorních elektronických vahách a příslušnou hodnotu si zapíšeme ke každému pásku.

Poté následuje příprava IS-metru pro měření. Pomocí měrky si na stupnici nastavíme nulu, pak měrku vytáhneme a upneme pásek do IS-metru. Po upnutí vzorek důkladně odmastíme v přípravku STAR 50 a opláchneme destilovanou vodou. Dále je nutné předeprnout zkušební pásek. To se provede tak, že vroubkovanou maticí pootočíme o 1 otáčku doprava. Do horní části přístroje upneme dotykový hrot úchylkoměru. Z důvodu zabránění korozi je nutné, aby na všech mechanických částech, byli ochranné kryty. Následně vložíme IS-metr do chloridové lázně a necháme jej několik minut temperovat. Po ustálení hodnoty na úchylkoměru, nastavíme nulovou hodnotu. Poté na železici anody přivedeme + pól a na IS-metr - pól. Poté na zdroji nastavíme velikost proudu a současně spustíme i stopky. Po pravidelných časových intervalech zapisujeme hodnoty na úchylkoměru. Pokud úchylkoměr ukazuje kladné hodnoty, dochází ke zkrácení vzorku a tedy k vnitřnímu napětí tahovému, naopak při záporných hodnotách, dochází k prodloužení vzorku a tedy k tlakovému napětí. Po uplynutí vypočteného časového intervalu vyjmeme IS-metr z chloridové lázně a opláchneme ho v destilované vodě. Vyjmeme pokovený pásek z přístroje a osušíme.

Jako poslední operace je zvážení pokoveného pásu na laboratorních vahách a změření pokovené délky pro výpočet vnitřního napětí v železném povlaku.

## 4.5 Vyhodnocení naměřených hodnot

Na předem připravené pásy jsme vyloučili Fe povlak z chloridové lázně. Vylučování povlaku bylo provedeno dle zadaných vstupních parametrů. Naměřené hodnoty byly následně zpracovány dle matematických vztahů:

- Hmotnost vyloučeného Fe povlaku:

$$m_k = m_2 - m_1 \quad [\text{g}] \quad (10)$$

- Teoretická hmotnost Fe povlaku:

$$m_{Fe} = 2 \cdot l \cdot s \cdot t \cdot \sigma_{Fe} \quad [\text{g}] \quad (11)$$

- Vnitřní napětí povlaku:

$$\delta = -\frac{E \cdot d \cdot \Delta l}{2 \cdot l \cdot t} \quad [\text{MPa}] \quad (12)$$

- Po dosazení konkrétních hodnot upravit na tvar:

$$\delta = -522 \cdot \frac{\Delta l}{l} \quad [\text{MPa}] \quad (13)$$

- Katodická proudová účinnost:

$$\eta = \frac{m_k \cdot 2F}{l \cdot \tau_k \cdot M_{Fe}} \cdot 100 \quad [\%] \quad (14)$$

- Čas, při kterém je tloušťka povlaku 8  $\mu\text{m}$ :

$$\tau = \frac{m \cdot \tau_k}{m_k} \quad [\text{min}] \quad (15)$$

## 4.6 Tloušťka Fe povlaků

Tloušťka povlaku je definovaná jako vzdálenost mezi povrchem povlaku a jeho fázovou hranicí se základním materiálem. Tloušťka nám ovlivňuje dokonalou celistvost, pórovitost a další řadu fyzikálně chemických vlastností. Tloušťka v oboru povrchových úprav se udává v  $\mu\text{m}$ . [2]

Metody měření tlouštěk povlaků lze členit na:

**Metody destruktivní** – vhodné pro výrobu hromadného charakteru, především u vícevrstvých povlaků, kde lze zjistit tloušťku jednotlivých vrstev. Mezi tyto metody patří:

- Metoda snímací
- Metoda kapková
- Metoda plaménková
- Metoda culometrická
- Metoda výbrusu
- Metoda délkového měření
- Metoda mokré stopy

**Metody nedestruktivní**- vhodné pro rychlé změření tlouštěk. Mezi tyto metody patří:

- Metoda magnetická
- Metoda elektromagnetická
- Metoda vířivých proudů
- Metoda izotopová
- Metoda termoelektrická
- Metoda průrazného napětí

Pro vyhodnocení tloušťky Fe povlaku vyloučeného z chloridové lázně, jsme zvolili destruktivní metodu výbrusu.

#### 4.7 Příprava vzorků pro pozorování světelnou mikroskopií

Fe povlak je materiál neprůhledný, a proto k jeho zkoumání používáme optické mikroskopy v režimu odrazu. Největší odrazivost mají plochy dokonale rovné a hladké, proto bylo našim cílem dokonale připravit zkušební vzorky právě s takovou plochou.

Vzorky se připravovaly metalografickou metodou výbrusu za studena ve vakuu. Tato metoda se skládá z několika na sebe navazujících částí:

- **Odběr vzorku** – zde byl proveden kolmý řez ze zkušebního pásu s Fe povlakem.
- **Zalévání za studena** – zkušební vzorek se vložil do zalévající objímky, v zařízení CitoVac od firmy Struers. Pro zalévání byla zvolena Dentacrylová licí pryskyřice.



**Obr. 6** CitoVac

- **Broušení** - pro broušení byly zvoleny SiC papíry o zrnitosti 80, 180, 320, 500, 800, 1000, 1200, 2400. Broušení vzorků proběhlo za mokra a před každou změnou SiC papíru se vzorky opláchly pod vodou z důvodu odstranění zbytků brusiva ze SiC papíru. Doba broušení pro každý Sic papír byla 2minuty. Broušení bylo provedeno na TegraPol – 35 od firmy Struers.

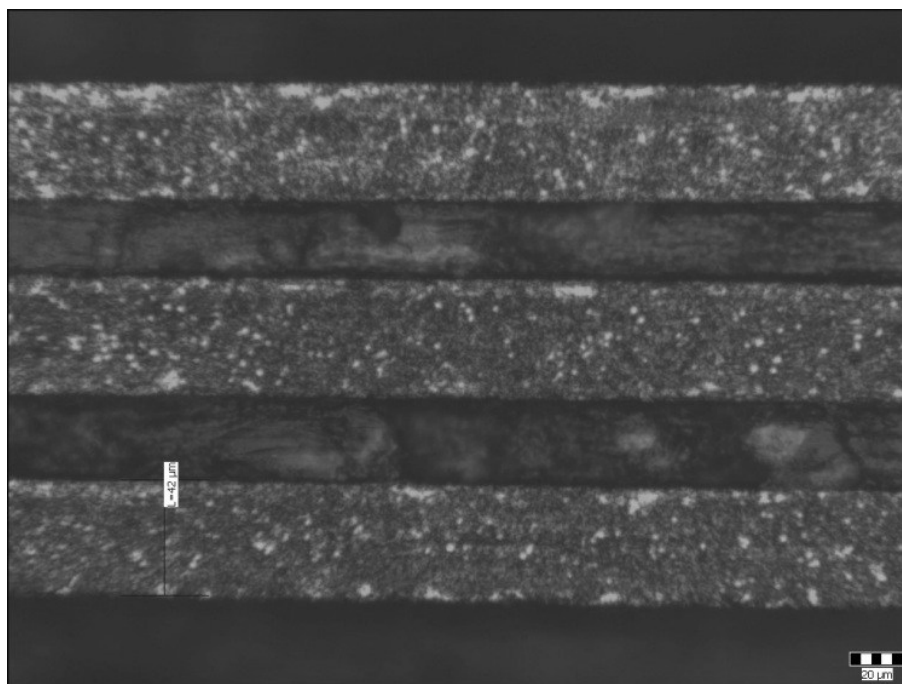


**Obr. 7** TegraPol – 35

- **Leštění** – doba leštění vzorků byla 2x 5min. Po té se zkušební vzorky důkladně opláchly od leštící pasty. Následně se očistily lihem a proběhlo jejich důkladné vysušení.

#### 4.8 Zkušební pásek

Dokumentace zkušebního pásku bez nanesení Fe povlaku z chloridové lázně.



**Obr. 8** Zkušební pásek bez povlaku

(M 200:1)

## 5 Vyhodnocení experimentu:

Elektrolyticky vyloučený povlak Fe se nanášel na páskové vzorky. Délka pásku byla 200mm, šířka 10mm a tloušťka 0,05mm. Plocha pokovovaného pásku je 0,35dm<sup>2</sup>, délka pokovené části je 175mm.

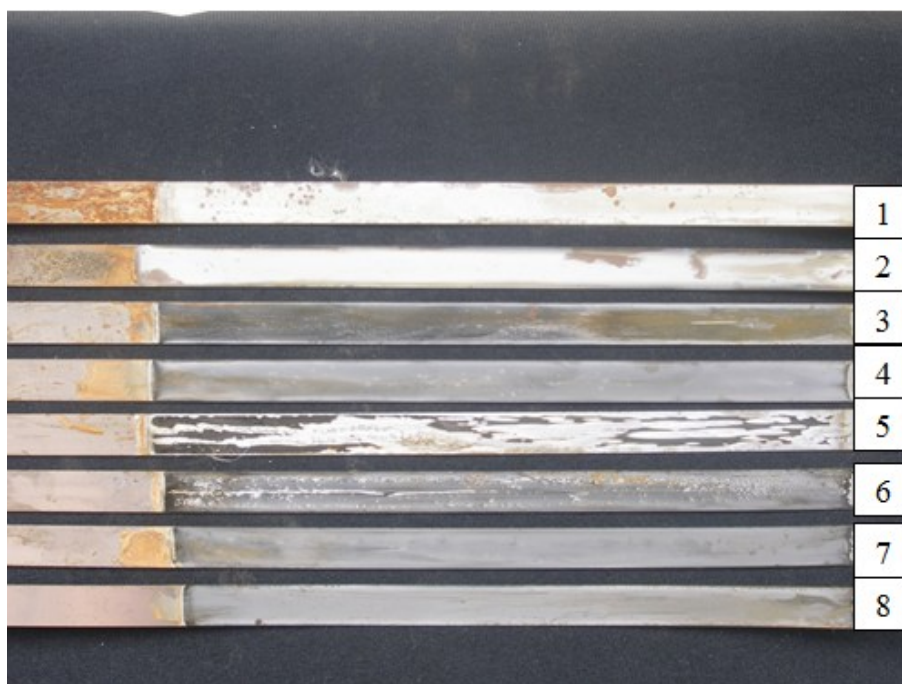
**Tabulka 5** Identifikační tabulka vzorků

Vzorek č.	Provozní parametry				pH	Popis
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]			
1	0,7	21	93	1,5	matný povlak, místy koroze	
2	1,75	8,4			matný povlak, místy koroze	
3	2,45	6			drsňý nesouvislý povlak	
4	3,5	4,2			rovnoměrně vyloučený Fe povlak	
5	0,7	21	80		dochází k loupání povrchu, nerovnoměrnost povlaku	
6	1,75	8,4			dochází k loupání povrchu	
7	2,45	6			nerovnoměrně vyloučený povlak, nečistoty	
8	3,5	4,2			rovnoměrně vyloučený Fe povlak, dobrá přilnavost	
9	0,7	21	70		drsňý povlak, spálené kraje,	
10	1,75	8,4			matný povlak	
11	2,45	6			projevy koroze, praskání povlaku	
12	3,5	4,2			místy popraskaný povlak	
13	0,7	21	50		černé zbarvení povlaku, projevy koroze	
14	1,75	8,4			korozní napadení krajů vzorku	
15	2,45	6			popraskaný povlak	
16	3,5	4,2			popraskaný povlak	
17	0,7	21	93	1,5	upravená lázeň, černé zbarvení povlaku	
18	1,75	8,4			upravená lázeň, černé zbarvení povlaku	
19	2,45	6			upravená lázeň, vyskytuje se místy koroze	
20	3,5	4,2			upravená lázeň, výskyt koroze	
21	0,7	21	80		upravená lázeň, stříbrné zbarvení povlaku	
22	1,75	8,4			upravená lázeň, hrubý povlak, výskyt koroze	
23	2,45	6			upravená lázeň, hrubý povlak	
24	3,5	4,2			upravená lázeň, praskání povlaku	
25	0,7	21	70		upravená lázeň, rovnoměrně vyloučená vrstva Fe	
26	1,75	8,4			upravená lázeň, rovnoměrně vyloučená vrstva Fe	
27	2,45	6			upravená lázeň, drsňý povlak	
28	3,5	4,2			upravená lázeň, nerovnoměrně vyloučený povlak	
29	0,7	21	50		upravená lázeň, nízká tloušťka povlaku Fe	
30	1,75	8,4			upravená lázeň, místy výskyt koroze	
31	2,45	6			upravená lázeň, výskyt koroze, nízká tloušťka Fe	
32	3,5	4,2			upravená lázeň, praskání povlaku	

## 5.1 Fotografická dokumentace pokovených vzorků

Makro dokumentace vzorků, byla pořízena digitálním fotoaparátem značky OLYMPUS CAMEDIA c-7070 v laboratořích VŠB- TU Ostrava. Vizuální dokumentace vyloučených Fe povlaků na zkušebních vzorcích č. 1 – 32. Hodnocení povlaků je provedeno v tabulce 5.

### 5.1.1 Vizuální dokumentace Fe povlaků na zkušebních vzorcích 1 – 16



**Obr. 9** Vzorky č. 1 – 8 vyloučené Fe povlaky z chloridové lázně

Vzorky se vyznačovaly drsným povlakem. Povlak Fe u vzorku č. 6, byl popraskaný a docházelo k odloupávání vyloučené vrstvy. U vzorku č. 5 docházelo ke spálení povlaku. Velice rovnoměrný Fe povlak byl zaznamenán u vzorku č. 8. Kde vzorek vykazoval vynikající přilnavost ke zkušebnímu vzorku.





**Obr. 10** Vzorky č. 9 – 16 vyloučené Fe povlaky z chloridové lázně

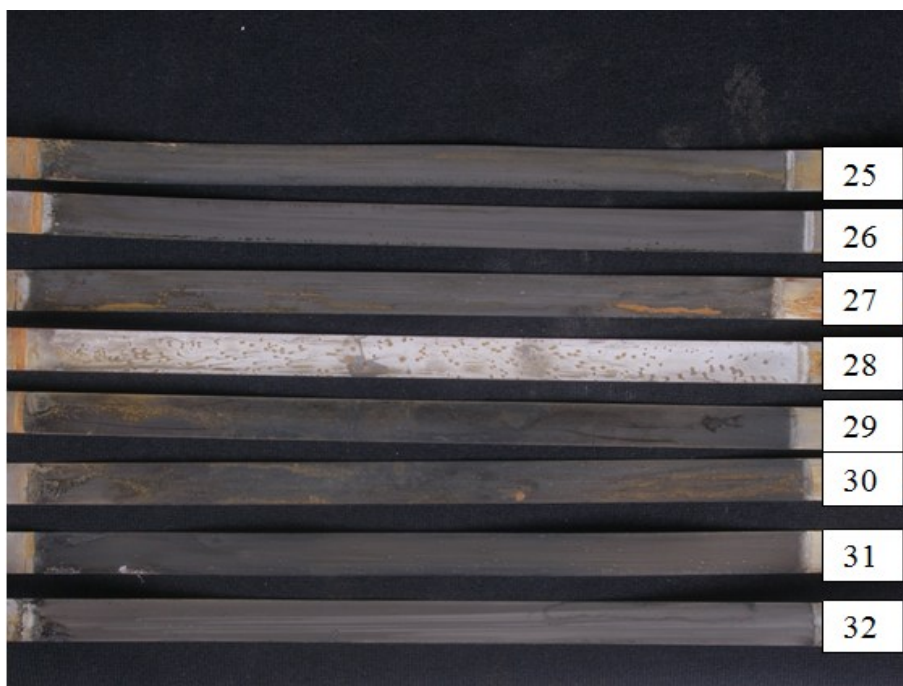
Vzorky se vyznačovaly drsnějším povlakem. Kvalita vyloučené vrstvy zde byla poněkud nižší než u vzorků č. 1 – 8. Na vzorku č. 16 docházelo k odlupování vyloučeného Fe povlaku. Snižující teplota chloridového elektrolytu se nepříznivě projevila na kvalitě vyloučené vrstvy.

### 5.1.2 Vizuální dokumentace Fe povlaků na zkušebních vzorcích 17 – 32



**Obr. 11** Vzorky č. 17 – 24 vyloučené Fe povlaky z upravené chloridové lázně

Vzorky byly vyloučeny z upravené chloridové lázně. U vzorků č. 17 – 20 nedocházelo k degradaci vyloučeného Fe povlaku.



**Obr. 12** Vzorky č. 25 – 32 vyloučené Fe povlaky z upravené chloridové lázně

Vzorky č. 25 - 32, byly vyloučeny z upravené chloridové lázně. Snižující teplota chloridového elektrolytu se negativně projevila na kvalitě vyloučené vrstvy. U vzorků docházelo k odlupování a praskání Fe povlaku.

## 5.2 Výpočet vnitřního napětí

### 5.2.1 Příklad výpočtu:

Výpočet je proveden pro vzorek č. 1.

**Naměřené hodnoty tohoto vzorku:**

$m_1 = 0,8527\text{g}$  ;  $m_2 = 1,1042\text{g}$ ;  $s = 10\text{mm}$ ;  $t = 0,008\text{mm}$ ;  $\rho_{Fe} = 7,8\text{g/cm}^3$ ;  $\Delta l = 0,012\text{mm}$ ;  
 $\tau_k = 23\text{min}$ ;  $F = 96\,493\text{ C} \cdot \text{mol}^{-1} = 1608\text{A} \cdot \text{min/mol}$ ;  $I = 0,7\text{A}$ ;  $t = 93^\circ\text{C}$ ;  $M [\text{g/mol}]$ : molární  
hmotnost ( $\text{Fe} = 55,8\text{ g/mol}$ )

- **Hmotnost vyloučeného Fe povlaku:**

$$m_k = m_2 - m_1 = 1,1042 - 0,8527 = 0,2515\text{g}$$

- **Teoretická hmotnost Fe povlaku o tloušťce  $8\mu\text{m}$ :**

$$m = 2 \cdot l \cdot s \cdot t \cdot \sigma_{Fe} = 2 \cdot 175 \cdot 10 \cdot 0,008 \cdot 0,0078 = 0,2184\text{g}$$

- **Vnitřní napětí povlaku:**

$$\delta = -\frac{E \cdot d \cdot \Delta l}{2 \cdot l \cdot t} = -\frac{1,57 \cdot 10^5 \cdot 0,05}{2,8} \cdot \frac{\Delta l}{l} = -522 \cdot \frac{-12}{175} = 35,79\text{ MPa}$$

- **Katodická proudová účinnost:**

$$\eta = \frac{z \cdot F \cdot m_k}{I \cdot \tau_k \cdot M} \cdot 100 = \frac{2 \cdot 1608 \cdot M_k}{55,85 \cdot I \cdot \tau_k} \cdot 100 = \frac{2 \cdot 1608 \cdot 0,2515}{55,85 \cdot 0,7 \cdot 23} \cdot 100 = 90,03\%$$

- **Čas, při kterém je tloušťka povlaku  $8\mu\text{m}$ :**

$$\tau = \frac{m \cdot \tau_k}{m_k} = \frac{0,2184 \cdot 23}{0,2515} = 20\text{ min}$$

## 5.2.2 Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 93°C

Tabulka 6 Teplota chloridové lázně 93°C

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty						Vypočtené hodnoty		
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
1.	0,7	21	93	1,5	175	0,8527	1,1042	0,2515	15	-8	23,86	20,0	90,03
									16	-9	26,85		
									17	-10	29,83		
									18	-10	29,83		
									19	-11	32,81		
									20	-12	35,79		
									21	-13	38,78		
									22	-12	35,79		
									23	-12	35,79		
2.	1,75	8,4	93	1,5	175	0,8834	1,1431	0,2597	5	-14	41,76	8,0	90,03
									6	-16	47,73		
									6,5	-22	65,62		
									7	-22	65,62		
									7,5	-35	104,40		
									8	-30	89,49		
									8,5	-31	92,47		
									9	-31	92,47		
									9,5	-32	95,45		
3.	2,45	6	93	1,5	175	0,8963	1,1692	0,2729	3	-7	20,88	5,6	91,71
									3,5	-8	23,86		
									4	-7	20,88		
									4,5	-5	14,91		
									5	-4	11,93		
									5,5	-3	8,95		
									6	-3	8,95		
									6,5	-6	17,90		
									7	-6	17,90		
4.	3,5	4,2	93	1,5	175	0,8829	1,1877	0,3048	1	-1	2,98	3,9	91,26
									2	-6	17,9		
									2,5	-8	23,86		
									3	-9	26,85		
									3,5	-10	29,83		
									4	-10	29,83		
									4,5	-9	26,85		
									5	-10	29,83		
									5,5	-11	32,81		

### 5.2.3 Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 80°C

**Tabulka 7** Teplota chloridové lázně 80°C

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty					Vypočtené hodnoty			
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
5.	0,7	21	80	1,5	175	0,8818	1,1531	0,2713	15	0	0,00	18,5	97,12
									16	-1	2,98		
									17	-2	5,97		
									18	-3	8,95		
									19	-4	11,93		
									20	-5	14,91		
									21	-5	14,91		
									22	-4	11,93		
									23	-5	14,91		
6.	1,75	8,4	80	1,5	175	0,8925	1,1726	0,2801	5	-9	26,85	7,4	97,10
									6	-9	26,85		
									6,5	-10	29,83		
									7	-12	35,79		
									7,5	-13	38,78		
									8	-15	44,74		
									8,5	-16	47,73		
									9	-17	50,71		
									9,5	-17	50,71		
7.	2,45	6	80	1,5	175	0,8869	1,1814	0,2945	3	-10	29,83	5,2	98,97
									3,5	-13	38,78		
									4	-13	38,78		
									4,5	-14	41,76		
									5	-14	41,76		
									5,5	-15	44,74		
									6	-15	44,74		
									6,5	-16	47,73		
									7	-16	47,73		
8.	3,5	4,2	80	1,5	175	0,8739	1,1992	0,3253	1	-3	8,95	3,7	97,39
									2	-8	23,86		
									2,5	-11	32,81		
									3	-13	38,78		
									3,5	-16	47,73		
									4	-18	53,69		
									4,5	-21	62,64		
									5	-24	71,59		
									5,5	-26	77,55		

## 5.2.4 Vzorok pokovené v chloridové lázni o teplotě 70°C

**Tabulka 8** Teplota chloridové lázně 70°C

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty						Vypočtené hodnoty		
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
<b>9.</b>	0,7	21	70	1,5	175	0,8838	1,1574	0,2736	15	0	0,00	<b>18,4</b>	<b>97,94</b>
									16	-2	5,97		
									17	-3	8,95		
									18	-4	11,93		
									19	-4	11,93		
									20	-3	8,95		
									21	-5	14,91		
									22	-6	17,90		
									23	-7	20,88		
<b>10.</b>	1,75	8,4	70	1,5	175	0,8876	1,1754	0,2878	5	-7	20,88	<b>7,2</b>	<b>99,77</b>
									6	-7	20,88		
									6,5	-10	29,83		
									7	-10	29,83		
									7,5	-11	32,81		
									8	-11	32,81		
									8,5	-18	53,69		
									9	-19	56,67		
									9,5	-19	56,67		
<b>11.</b>	2,45	6	70	1,5	175	0,8431	1,11	0,2669	3	-22	65,62	<b>5,7</b>	<b>89,69</b>
									3,5	-25	74,57		
									4	-28	83,52		
									4,5	-30	89,49		
									5	-34	101,42		
									5,5	-35	104,40		
									6	-38	113,35		
									6,5	-40	119,31		
									7	-40	119,31		
<b>12.</b>	3,5	4,2	70	1,5	175	0,8828	1,2146	0,3318	1	-14	41,76	<b>3,6</b>	<b>99,34</b>
									2	-28	83,52		
									2,5	-37	110,37		
									3	-42	125,28		
									3,5	-50	149,14		
									4	-52	155,11		
									4,5	-56	167,04		
									5	-60	178,97		
									5,5	-62	184,94		

### 5.2.5 Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 50°C

**Tabulka 9** Teplota chloridové lázně 50°C

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty						Vypočtené hodnoty		
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
<b>13.</b>	0,7	21	93	1,5	175	0,8863	1,162	0,2757	15	-1	2,98	<b>18,2</b>	<b>98,69</b>
									16	-2	5,97		
									17	-3	8,95		
									18	-4	11,93		
									19	-5	14,91		
									20	-7	20,88		
									21	-7	20,88		
									22	-8	23,86		
									23	-8	23,86		
<b>14.</b>	1,75	8,4	93	1,5	175	0,8674	1,1504	0,283	5	-16	47,73	<b>7,3</b>	<b>98,11</b>
									6	-22	65,62		
									6,5	-27	80,54		
									7	-30	89,49		
									7,5	-30	89,49		
									8	-31	92,47		
									8,5	-38	113,35		
									9	-39	116,33		
									9,5	-44	131,25		
<b>15.</b>	2,45	6	93	1,5	175	0,8894	1,1804	0,291	3	-17	50,71	<b>5,3</b>	<b>97,79</b>
									3,5	-22	65,62		
									4	-27	80,54		
									4,5	-32	95,45		
									5	-37	110,37		
									5,5	-42	125,28		
									6	-46	137,21		
									6,5	-48	143,18		
									7	-52	155,11		
<b>16.</b>	3,5	4,2	93	1,5	175	0,8833	1,2104	0,3271	1	-10	29,83	<b>3,7</b>	<b>97,93</b>
									2	-21	62,64		
									2,5	-28	83,52		
									3	-38	113,35		
									3,5	-43	128,26		
									4	-48	143,18		
									4,5	-53	158,09		
									5	-55	164,06		
									5,5	-59	175,99		

## 5.2.6 Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 93°C s úpravou elektrolytu

**Tabulka 10** Teplota chloridové lázně 93°C s úpravou chloridového elektrolytu

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty						Vypočtené hodnoty		
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
17.	0,7	21	93	1,5	175	0,7546	1,0152	0,2606	15	-7	20,88	19,3	93,29
									16	-6	17,90		
									17	-6	17,90		
									18	-7	20,88		
									19	-7	20,88		
									20	-8	23,86		
									21	-5	14,91		
									22	-7	20,88		
									23	-8	23,86		
18.	1,75	8,4	93	1,5	175	0,8876	1,1668	0,2792	5	-24	71,59	7,4	96,79
									6	-27	80,54		
									6,5	-29	86,50		
									7	-32	95,45		
									7,5	-37	110,37		
									8	-39	116,33		
									8,5	-41	122,30		
									9	-42	125,28		
									9,5	-43	128,26		
19.	2,45	6	93	1,5	175	0,7614	1,0316	0,2702	3	-22	65,62	5,7	90,80
									3,5	-25	74,57		
									4	-29	86,50		
									4,5	-32	95,45		
									5	-34	101,42		
									5,5	-38	113,35		
									6	-42	125,28		
									6,5	-45	134,23		
									7	-47	140,19		
20.	3,5	4,2	93	1,5	175	0,76	1,0738	0,3138	1	-12	35,79	3,8	93,95
									2	-26	77,55		
									2,5	-28	83,52		
									3	-34	101,42		
									3,5	-37	110,37		
									4	-44	131,25		
									4,5	-48	143,18		
									5	-57	170,02		
									5,5	-60	178,97		



### 5.2.7 Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 80°C s úpravou elektrolytu

**Tabulka 11** Teplota chloridové lázně 80°C s úpravou chloridového elektrolytu

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty					Vypočtené hodnoty			
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
21.	0,7	21	80	1,5	175	0,8855	1,1405	0,255	15	-16	47,73	19,7	91,28
									16	-18	53,69		
									17	-19	56,67		
									18	-20	59,66		
									19	-21	62,64		
									20	-22	65,62		
									21	-24	71,59		
									22	-26	77,55		
									23	-28	83,52		
22.	1,75	8,4	80	1,5	175	0,8815	1,1522	0,2707	5	-18	53,69	7,7	93,84
									6	-25	74,57		
									6,5	-27	80,54		
									7	-29	86,50		
									7,5	-30	89,49		
									8	-33	98,43		
									8,5	-34	101,42		
									9	-38	113,35		
									9,5	-39	116,33		
23.	2,45	6	80	1,5	175	0,8904	1,1652	0,2748	3	-16	47,73	5,6	92,35
									3,5	-23	68,61		
									4	-27	80,54		
									4,5	-29	86,50		
									5	-31	92,47		
									5,5	-34	101,42		
									6	-37	110,37		
									6,5	-39	116,33		
									7	-41	122,30		
24.	3,5	4,2	80	1,5	175	0,8796	1,1852	0,3056	1	-10	29,83	3,9	91,50
									2	-24	71,59		
									2,5	-30	89,49		
									3	-35	104,40		
									3,5	-40	119,31		
									4	-46	137,21		
									4,5	-50	149,14		
									5	-51	152,13		
									5,5	-52	155,11		

## 5.2.8 Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 70°C s úpravou elektrolytu

**Tabulka 12** Teplota chloridové lázně 70°C s úpravou chloridového elektrolytu

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty						Vypočtené hodnoty		
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
25.	0,7	21	70	1,5	175	0,7824	1,0458	0,2634	15	-43	128,26	19,1	94,29
									16	-45	134,23		
									17	-49	146,16		
									18	-52	155,11		
									19	-55	164,06		
									20	-58	173,01		
									21	-60	178,97		
									22	-63	187,92		
									23	-65	193,89		
26.	1,75	8,4	70	1,5	175	0,7533	1,0314	0,2781	5	-25	74,57	7,5	96,41
									6	-30	89,49		
									6,5	-33	98,43		
									7	-35	104,40		
									7,5	-38	113,35		
									8	-40	119,31		
									8,5	-43	128,26		
									9	-45	134,23		
									9,5	-46	137,21		
27.	2,45	6	70	1,5	175	0,7736	1,0467	0,2731	3	-21	62,64	5,6	91,78
									3,5	-24	71,59		
									4	-26	77,55		
									4,5	-29	86,50		
									5	-35	104,40		
									5,5	-39	116,33		
									6	-45	134,23		
									6,5	-51	152,13		
									7	-53	158,09		
28.	3,5	4,2	70	1,5	175	0,8974	1,1983	0,3009	1	-12	35,79	4,0	90,09
									2	-23	68,61		
									2,5	-33	98,43		
									3	-40	119,31		
									3,5	-46	137,21		
									4	-51	152,13		
									4,5	-60	178,97		
									5	-63	187,92		
									5,5	-65	193,89		

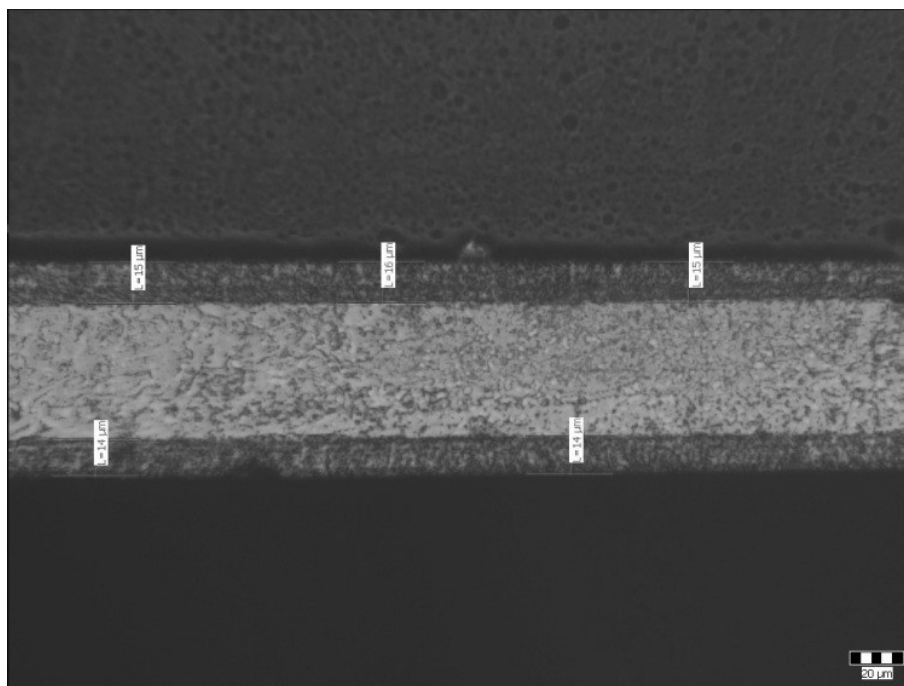
## 5.2.9 Vzorky pokovené v chloridové lázni o teplotě 50°C s úpravou elektrolytu

**Tabulka 13** Teplota chloridové lázně 50°C s úpravou chloridového elektrolytu

Vzorek č.	Provozní parametry				Naměřené hodnoty					Vypočtené hodnoty			
	Proud [A]	Doba [min]	Teplota lázně [°C]	pH	L [mm]	m <sub>1</sub> [g]	m <sub>2</sub> [g]	m <sub>k</sub> [g]	T [min]	Δl [μm]	δ [Mpa]	T [min]	η [%]
<b>29.</b>	0,7	21	93	1,5	175	0,8821	1,1292	0,2471	15	-23	68,61	<b>20,3</b>	<b>88,46</b>
									16	-24	71,59		
									17	-25	74,57		
									18	-28	83,52		
									19	-28	83,52		
									20	-29	86,50		
									21	-31	92,47		
									22	-32	95,45		
									23	-33	98,43		
<b>30.</b>	1,75	8,4	93	1,5	175	0,7527	1,0183	0,2656	5	-31	92,47	<b>7,8</b>	<b>92,08</b>
									6	-36	107,38		
									6,5	-39	116,33		
									7	-43	128,26		
									7,5	-46	137,21		
									8	-49	146,16		
									8,5	-52	155,11		
									9	-53	158,09		
									9,5	-57	170,02		
<b>31.</b>	2,45	6	93	1,5	175	0,7802	1,0374	0,2572	3	-31	92,47	<b>5,9</b>	<b>86,43</b>
									3,5	-40	119,31		
									4	-43	128,26		
									4,5	-51	152,13		
									5	-53	158,09		
									5,5	-58	173,01		
									6	-62	184,94		
									6,5	-66	196,87		
									7	-67	199,85		
<b>32.</b>	3,5	4,2	93	1,5	175	0,7033	1,0149	0,3116	1	-11	32,81	<b>3,9</b>	<b>93,29</b>
									2	-26	77,55		
									2,5	-33	98,43		
									3	-38	113,35		
									3,5	-45	134,23		
									4	-53	158,09		
									4,5	-64	190,90		
									5	-71	211,78		
									5,5	-76	226,70		

### 5.3 Měření tloušťky vyloučené Fe vrstvy

Tloušťka povlaku, byla zjišťována pomocí optického mikroskopu NEOPHOT 21 a měřicího softwaru QuickPhotoIndustrial 2.2. Každé měření, bylo několikrát opakováno z důvodu získání co nejpřesnější hodnoty tloušťky povlaku.

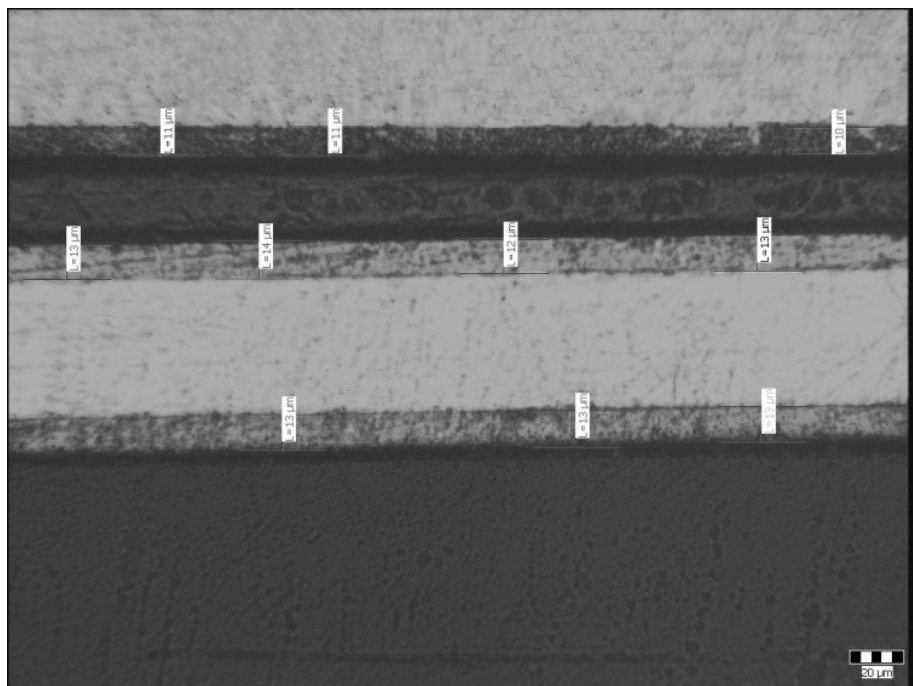


**Obr. 13** Vzorek č. 1 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 14** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 1

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	15	Střední hodnota	14,8	μm
2	16	Sm. odchylka	0,7	μm
3	15	<b>Poznámka:</b> vyloučený povlak se neodlupoval, povlak byl rovnoměrný, objevovala se místy koroze.		
4	14			
5	14			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe bez trhlin a ztráty přilnavosti. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě 2 A/dm<sup>2</sup> a teplotě 93°C. Střední hodnota tloušťky povlaku byla 14,8 μm.

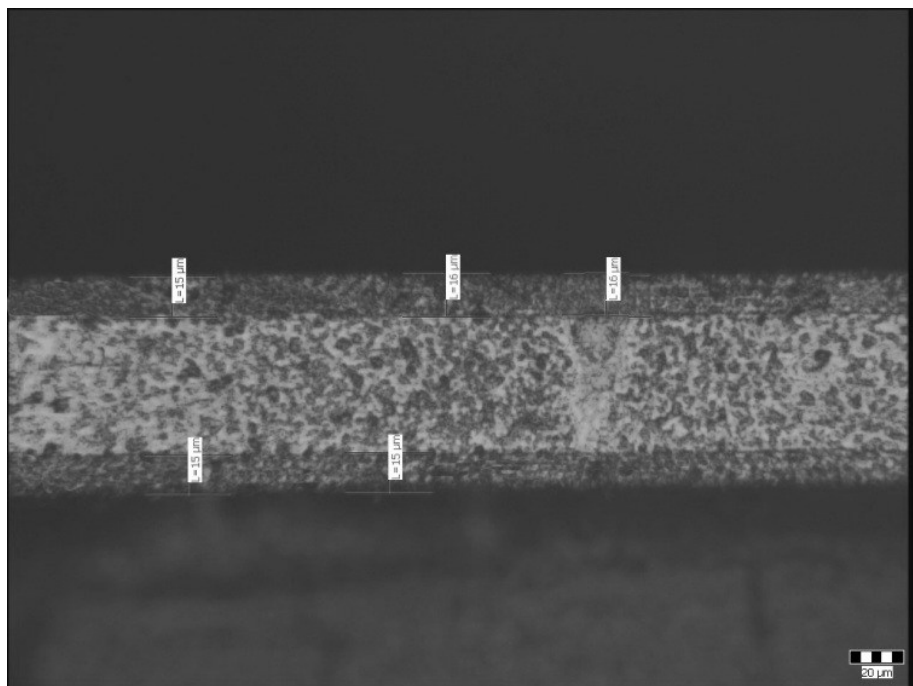


**Obr. 14** Vzorek č. 2 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 15** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 2

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	11	Střední hodnota	12,3	μm
2	11	Sm. odchylka	1,2	μm
3	13	<b>Poznámka:</b> Na vzorku se vyskytovala koroze, příčinou mohla být vysoká teplota chloridového elektrolytu. Dobrá přilnavost, spálené kraje.		
4	14			
5	12			

Nerovnoměrně vyloučený povlak Fe s dobrou přilnavostí. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $5 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $93^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $12,3 \text{ μm}$ .

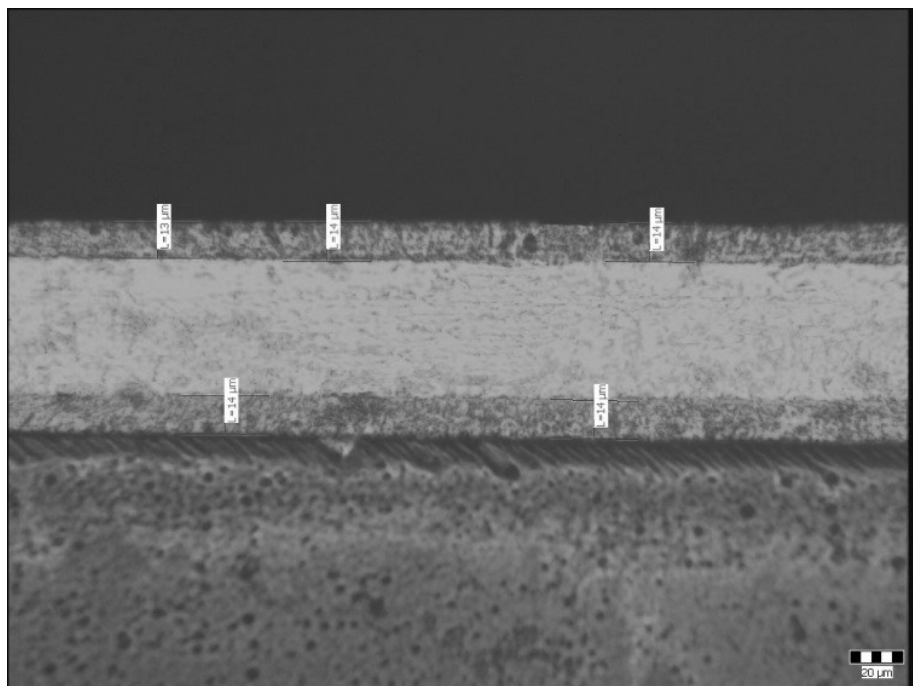


**Obr. 15** Vzorek č. 3 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 16** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 3

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	15	Střední hodnota	15,4	μm
2	16	Sm. odchylka	0,5	μm
3	16	<b>Poznámka:</b> drsný povlak, korozní napadení.		
4	15			
5	15			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe s dobrou přilnavostí. Na vzorku lze pozorovat korozní napadení jak vyloučené Fe vrstvy, tak i zkušebního pásku. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $7 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $93^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $15,4 \text{ μm}$ .

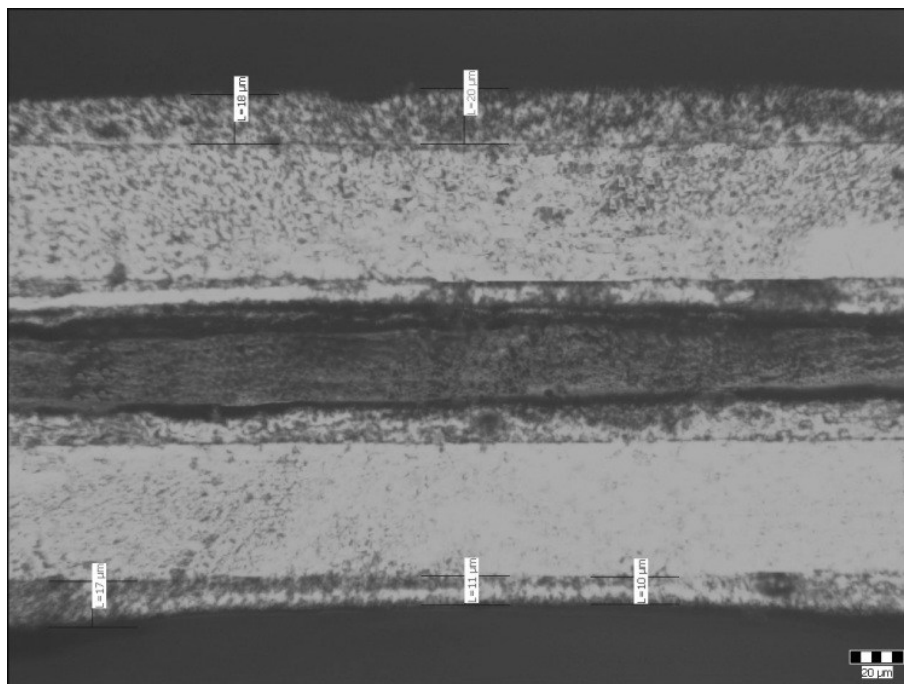


**Obr. 16** Vzorek č. 4 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 17** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 4

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	13	Střední hodnota	13,8	μm
2	14	Sm. odchylka	0,4	μm
3	14	<b>Poznámka:</b> rovnoměrně vyloučený povlak, nečistoty v povlaku		
4	14			
5	14			

Vzorek vykazoval velice rovnoměrně vyloučený Fe povlak, který měl dobrou přilnavost ke zkušebnímu pásku. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $93^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $13,8 \text{ μm}$ .



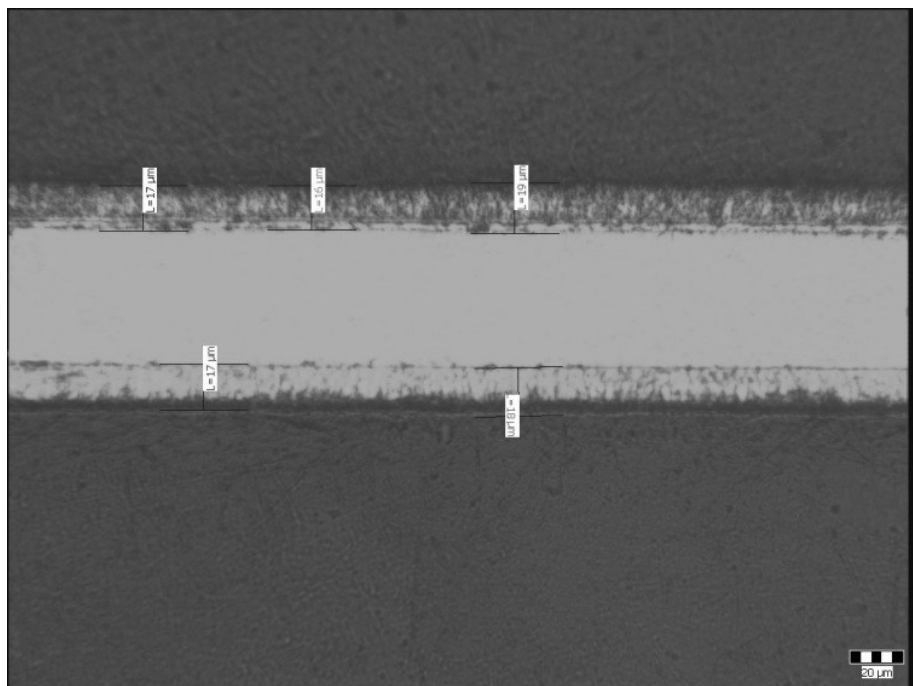
**Obr. 17** Vzorek č. 5 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 18** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 5

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	18	Střední hodnota	15,2	μm
2	20	Sm. odchylka	4	μm
3	11	<b>Poznámka:</b> nerovnoměrně vyloučená vrstva, odlupování povlaku, místy koroze		
4	17			
5	10			

Na tomto vzorku lze pozorovat nerovnoměrně vyloučený Fe povlak, kde docházelo i k odlupování vyloučeného Fe povlaku. Příčinou může být nižší teplota chloridové lázně s kombinací nízké proudové hustoty. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $2 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $15,2 \text{ μm}$ .



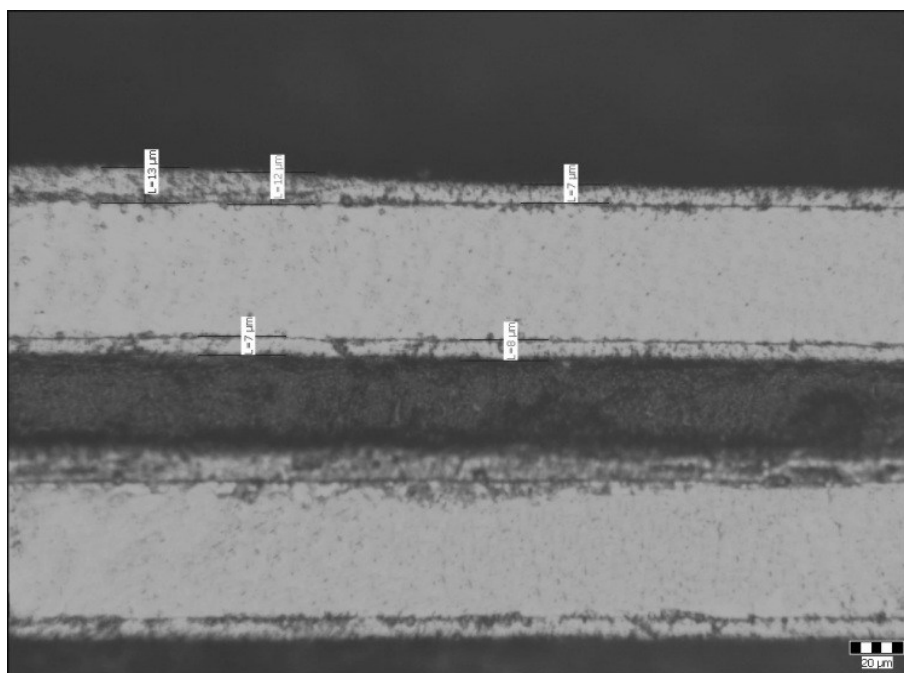


**Obr. 18** Vzorek č. 6 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 19** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 6

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	17	Střední hodnota	17,4	μm
2	16	Sm. odchylka	1	μm
3	19	<b>Poznámka:</b> odlupování povlaku, nerovnoměrně vyloučen		
4	18			
5	17			

U tohoto vzorku docházelo k odlupování vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka vyloučené vrstvy dosahovala vysokých hodnot. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $5 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $17,4 \text{ μm}$ .

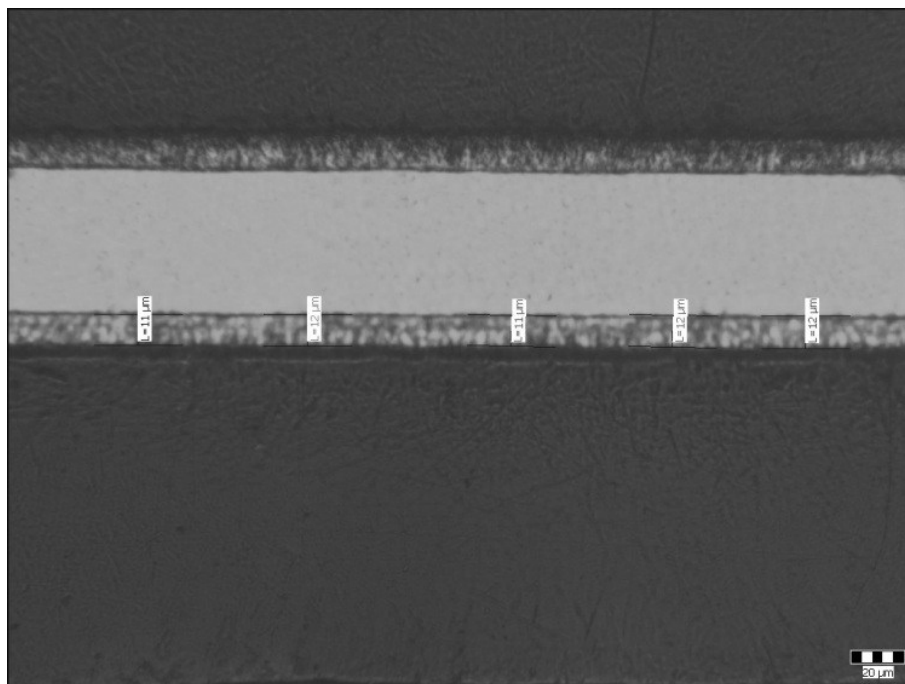


**Obr. 19** Vzorek č. 7 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 20** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 7

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	13	Střední hodnota	9,4	μm
2	12	Sm. odchylka	2,6	μm
3	7	<b>Poznámka:</b> Nerovnoměrně vyloučen, různá tloušťka, horší přilnavost		
4	8			
5	7			

Nerovnoměrnost vyloučené vrstvy může být způsobena nižší teplotou chloridové lázně v kombinaci nízké proudové hustoty. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $7 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $9,4 \text{ μm}$ .

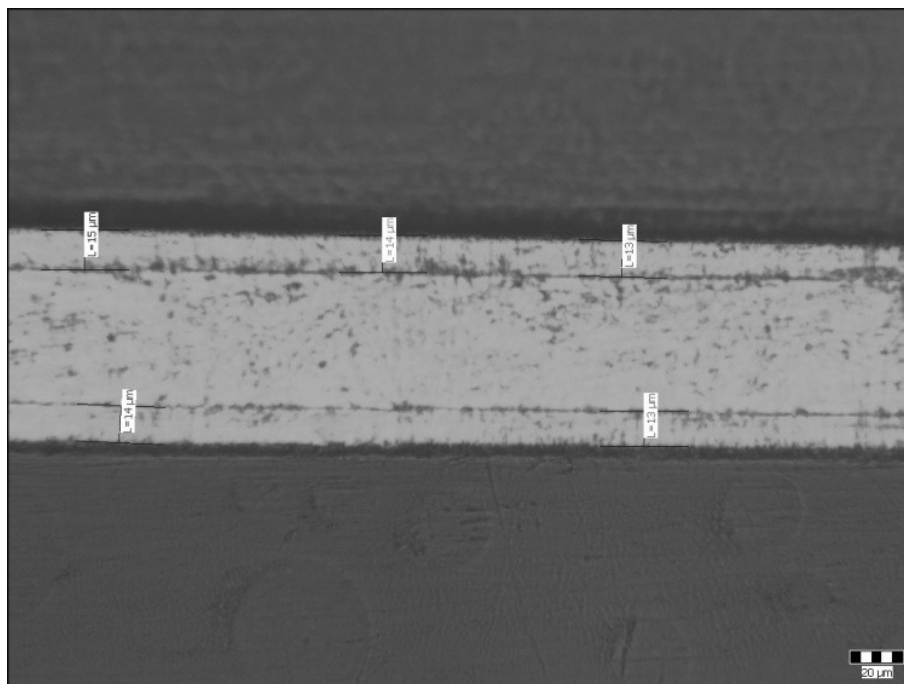


**Obr. 20** Vzorek č. 8 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 21** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 8

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	11	Střední hodnota	11,6	μm
2	12	Sm. odchylka	0,5	μm
3	11	<b>Poznámka:</b> rovnoměrná tloušťka, dobrá přilnavost ke zkušebnímu vzorku.		
4	12			
5	12			

Rovnoměrně vyloučený povlak s dobrou přilnavostí ke zkušebnímu pásku. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $11,6 \text{ μm}$ .

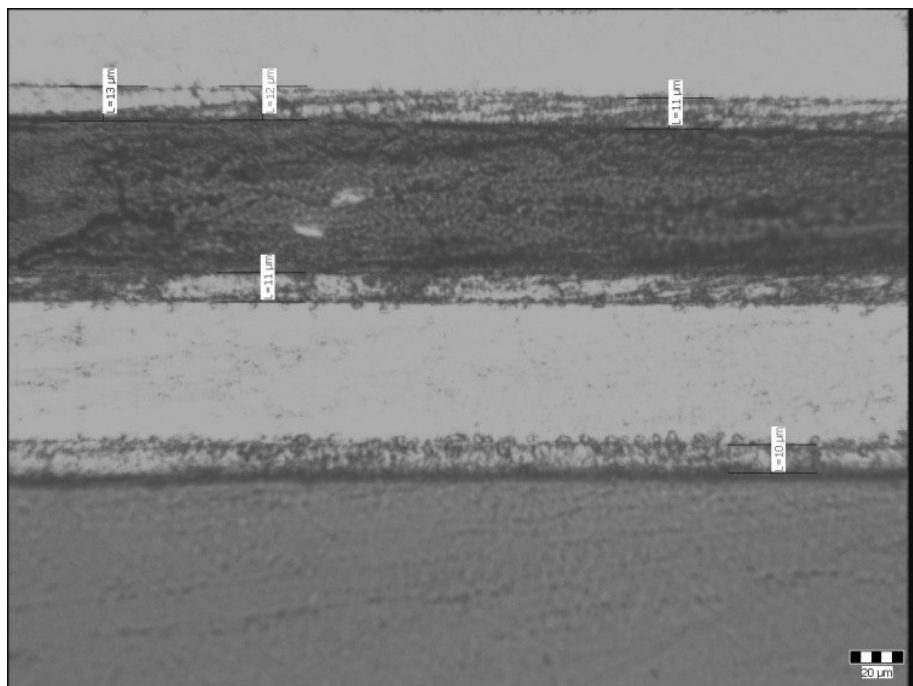


**Obr. 21** Vzorek č. 9 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 22** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 9

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	15	Střední hodnota	13,8	μm
2	14	Sm. odchylka	0,7	μm
3	13	<b>Poznámka:</b> odlupování povlaku.		
4	13			
5	14			

Odlupování Fe povlaku od zkušebního pásu Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $2 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $70^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $13,8 \text{ μm}$ .

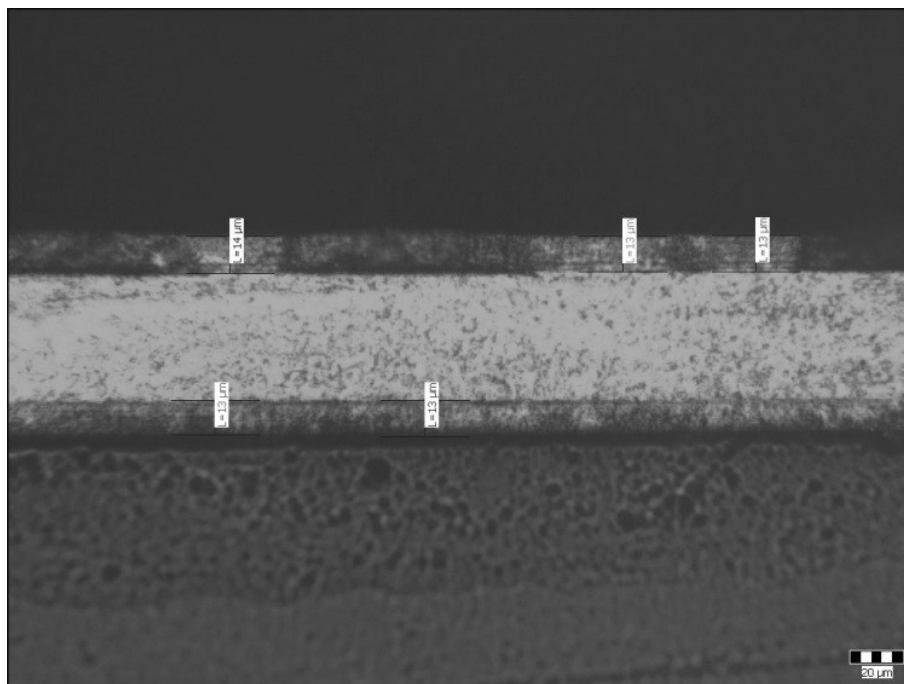


**Obr. 22** Vzorek č. 10 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 23** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 10

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	13	Střední hodnota	11,4	μm
2	12	Sm. odchylka	1	μm
3	11	<b>Poznámka:</b> nerovnoměrný a matný povlak Fe,		
4	10			
5	11			

Nerovnoměrně vyloučená tloušťka Fe povlaku. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě 5 A/dm<sup>2</sup> a teplotě 70°C. Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla 11,4 μm.

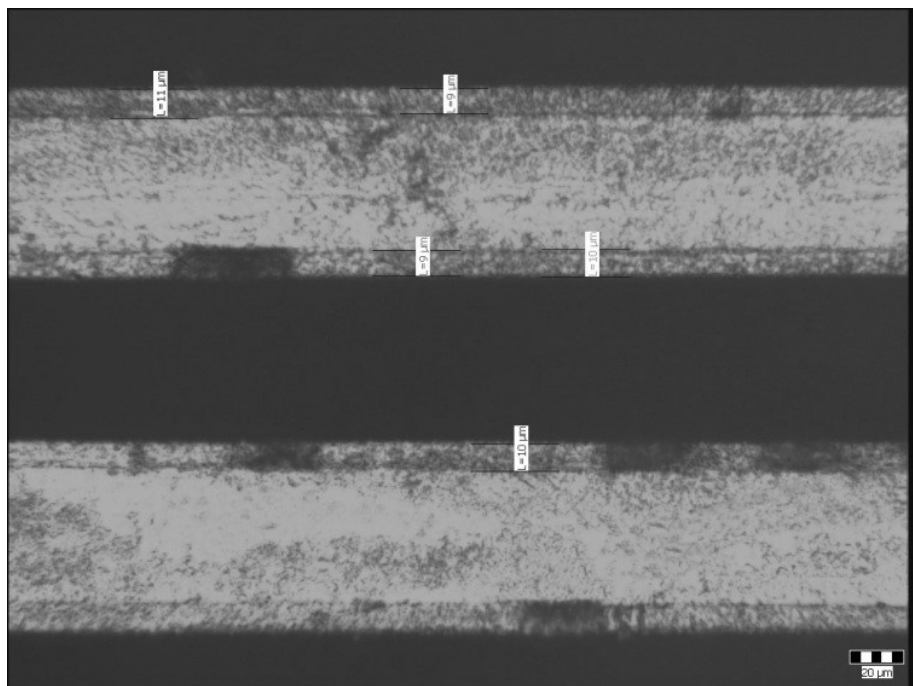


**Obr. 23** Vzorek č. 11 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 24** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 11

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	14	Střední hodnota	13,2	μm
2	13	Sm. odchylka	0,4	μm
3	13	<b>Poznámka:</b> rovnoměrně vyloučen, místy se objevovala koroze		
4	13			
5	13			

Rovnoměrně vyloučený Fe povlak na zkušebním vzorku a dobrá přilnavost. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $7 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $70^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $13,2 \text{ μm}$ .

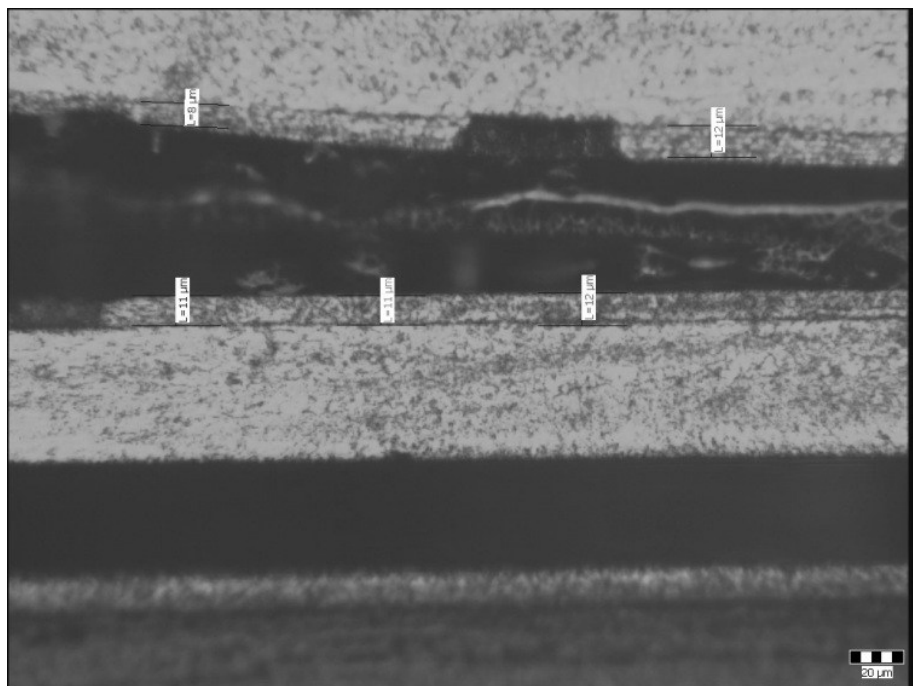


**Obr. 24** Vzorek č. 12 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 25** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 12

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	11	Střední hodnota	9,8	μm
2	9	Sm. odchylka	0,7	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> rovnoměrně vyloučen, povlak se na krajích zkušebního pásku odlupoval.		
4	10			
5	10			

Rovnoměrně vyloučený Fe povlak. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $70^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $9,8 \text{ μm}$ .



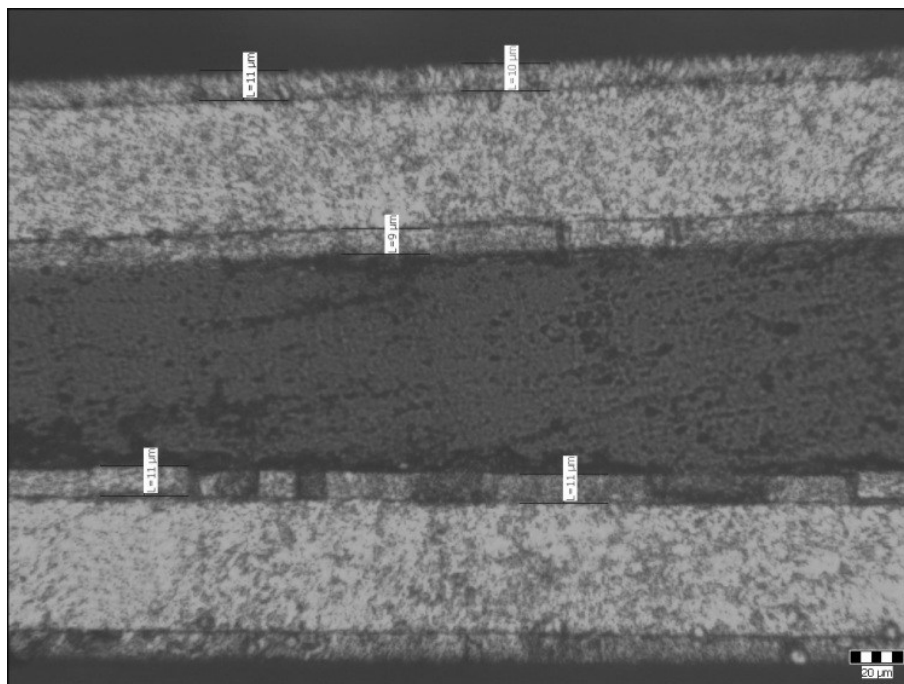
**Obr. 25** Vzorek č. 13 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 26** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 13

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	11	Střední hodnota	10,8	μm
2	11	Sm. odchylka	1,5	μm
3	12	<b>Poznámka:</b> Nerovnoměrně vyloučen Fe povlak, docházelo k odlupování, nečistoty v povlaku		
4	12			
5	8			

Nerovnoměrně vyloučený Fe povlak, na několika místech došlo k odloupení vyloučené vrstvy. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $2\text{A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $10,8\text{ μm}$ .



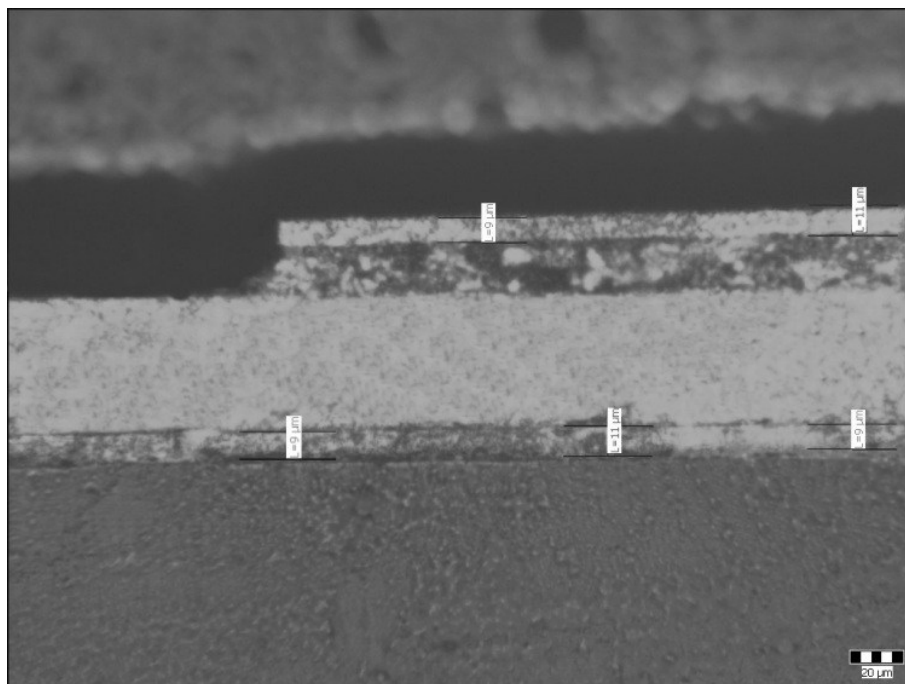


**Obr. 26** Vzorek č. 14 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 27** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 14

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	11	Střední hodnota	10,4	μm
2	10	Sm. odchylka	0,8	μm
3	11	<b>Poznámka:</b> trhliny v Fe povlaku, místy docházelo k odlupování vyloučeného povlaku, koroze		
4	11			
5	9			

Místy se v povlaku vyskytly trhliny a docházelo k odlupování povlaku. Vrstva Fe nebyla vyloučena rovnoměrně. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $5\text{A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $10,4\text{ }\mu\text{m}$ .

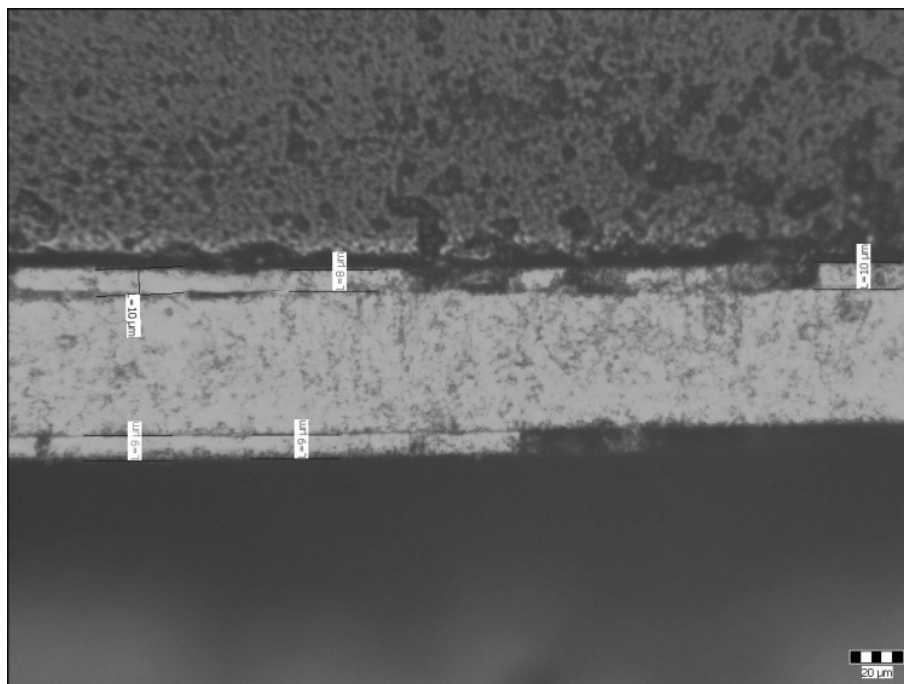


**Obr. 27** Vzorek č. 15 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 28** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 15

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	9	Střední hodnota	9,8	μm
2	11	Sm. odchylka	0,7	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> odlupování Fe povlaku, místy koroze, horší přilnavost ke zkušebnímu pásku.		
4	9			
5	11			

U tohoto vzorku docházelo k odlupování Fe povlaku. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $7\text{ A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $9,8\text{ }\mu\text{m}$ .

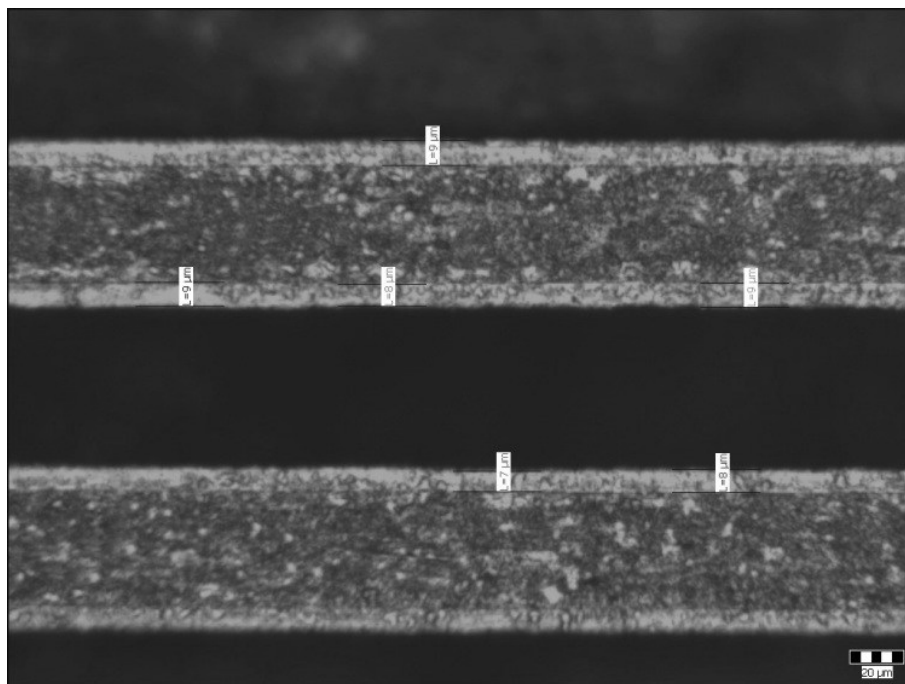


**Obr. 28** Vzorek č. 16 – tloušťka vyloučené vrstvy  
(M 200:1)

**Tabulka 29** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 16

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	10	Střední hodnota	9,2	μm
2	9	Sm. odchylka	0,7	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> odlupování povlaku, trhliny a nečistoty v povlaku		
4	8			
5	10			

Místy se v povlaku vyskytly trhliny a docházelo k odlupování povlaku. Vrstva Fe nebyla vyloučena rovnoměrně. Tento vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10\text{A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tato hodnota byla  $9,2\text{ }\mu\text{m}$ .

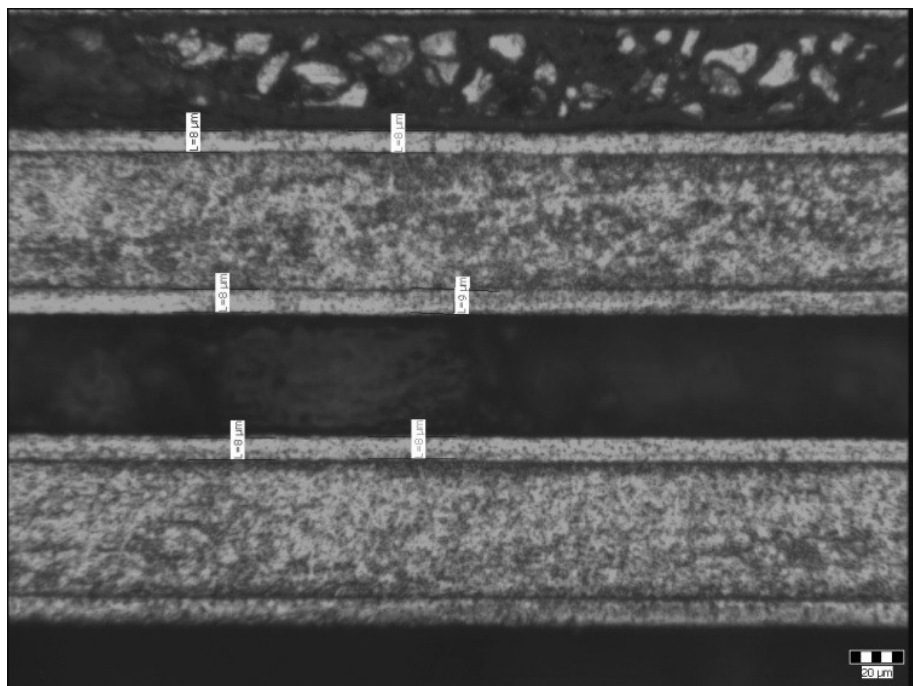


**Obr. 29** Vzorek č. 17 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu (M 200:1)

**Tabulka 30** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 17

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	9	Střední hodnota	8,3	μm
2	8	Sm. odchylka	0,7	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> rovnoměrná tloušťka Fe povlaku, místy se objevovaly nečistoty v povlaku, upravená chloridová lázeň		
4	7			
5	8			
6	9			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe s dobrou přilnavostí ke zkušebnímu pásku. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $2 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $93^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $8,3 \mu\text{m}$ .

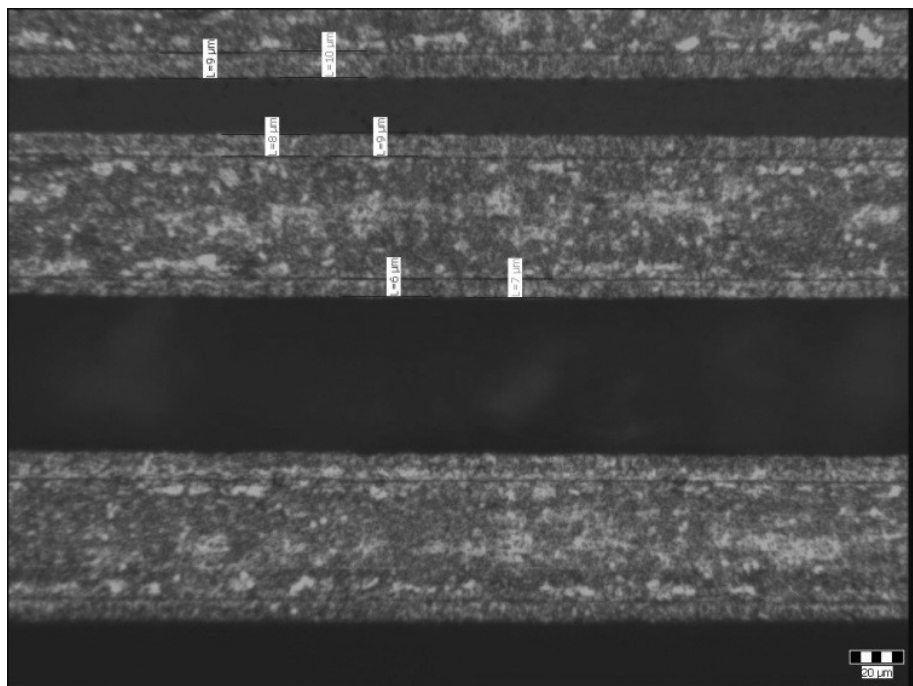


**Obr. 30** Vzorek č. 18 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 31** Naměřené hodnoty tlouštěk a povlaku u vzorku č. 18

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	8	Střední hodnota	8,2	μm
2	8	Sm. odchylka	0,4	μm
3	8	<b>Poznámka:</b> rovnoměrná tloušťka Fe povlaku, upravená chloridová lázeň, koroze		
4	9			
5	8			
6	8			

Velice rovnoměrně vyloučený povlak Fe a taktéž i přilnavost povlaku ke zkušebnímu pásku. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $5 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $93^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $8,2 \mu\text{m}$ .

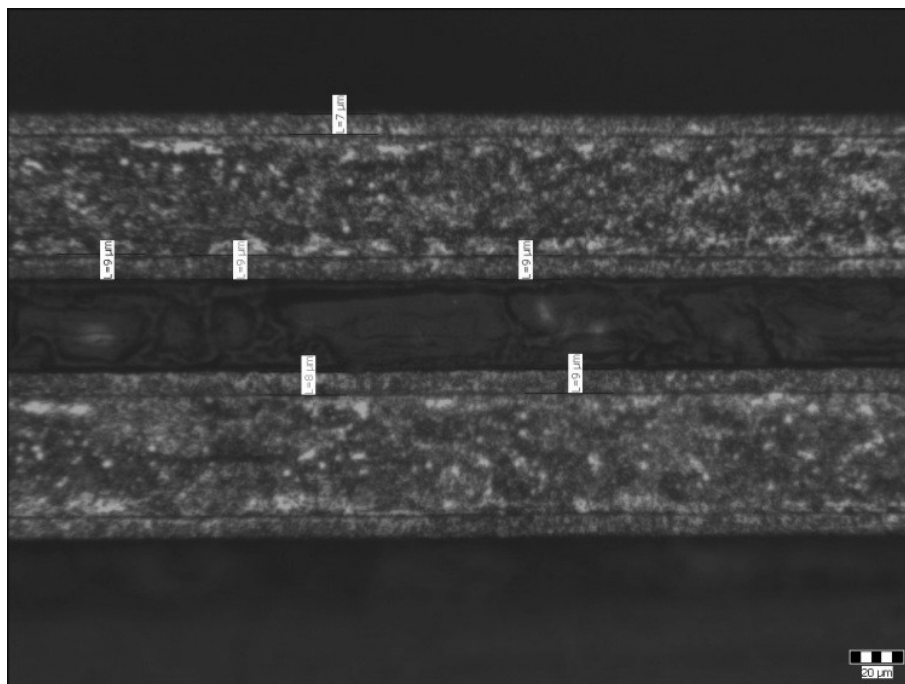


**Obr. 31** Vzorek č. 19 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 32** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 19

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	9	Střední hodnota	8,5	μm
2	10	Sm. odchylka	0,8	μm
3	8	<b>Poznámka:</b> rovnoměrná tloušťka Fe povlaku,		
4	9			
5	6			
6	7			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe, který byl bez trhlin. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Parametry při kterých byl vzorek vyloučen - proudová hustota  $7 \text{ A/dm}^2$  a teplota  $93^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $8,5 \mu\text{m}$ .

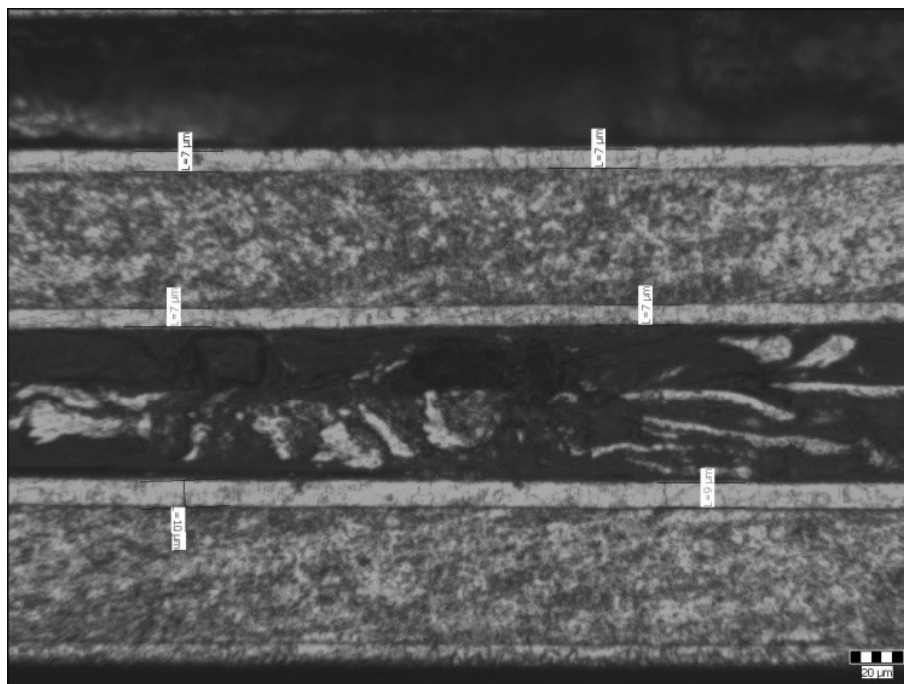


**Obr. 32** Vzorek č. 20 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 33** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 20

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	9	Střední hodnota	8,5	μm
2	9	Sm. odchylka	0,8	μm
3	7	<b>Poznámka:</b> rovnoměrná tloušťka Fe povlaku, objevovala se koroze.		
4	9			
5	9			
6	8			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe. Nedocházelo k odloupávání povlaku. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $93^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $8,5 \mu\text{m}$ .



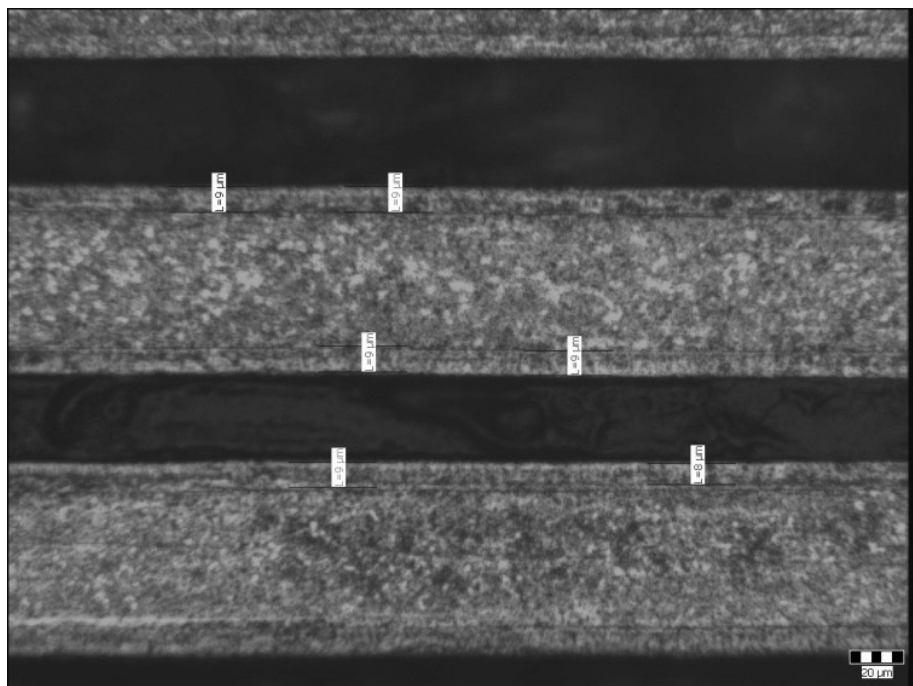
**Obr. 33** Vzorek č. 21 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 34** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 21

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	7	Střední hodnota	7,8	μm
2	7	Sm. odchylka	1,2	μm
3	10	<b>Poznámka:</b> na zkušebním pásku se vyskytla koroze, nečistoty v povlaku, nerovnoměrná tloušťka		
4	7			
5	7			
6	9			

Povlak byl u tohoto povlaku nerovnoměrný s dobrou přilnavostí ke zkušebnímu pásku. Tloušťka vrstvy byla oproti ostatním vzorkům vyloučených za stejných teplot nižší. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $2 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $7,8 \mu\text{m}$ .



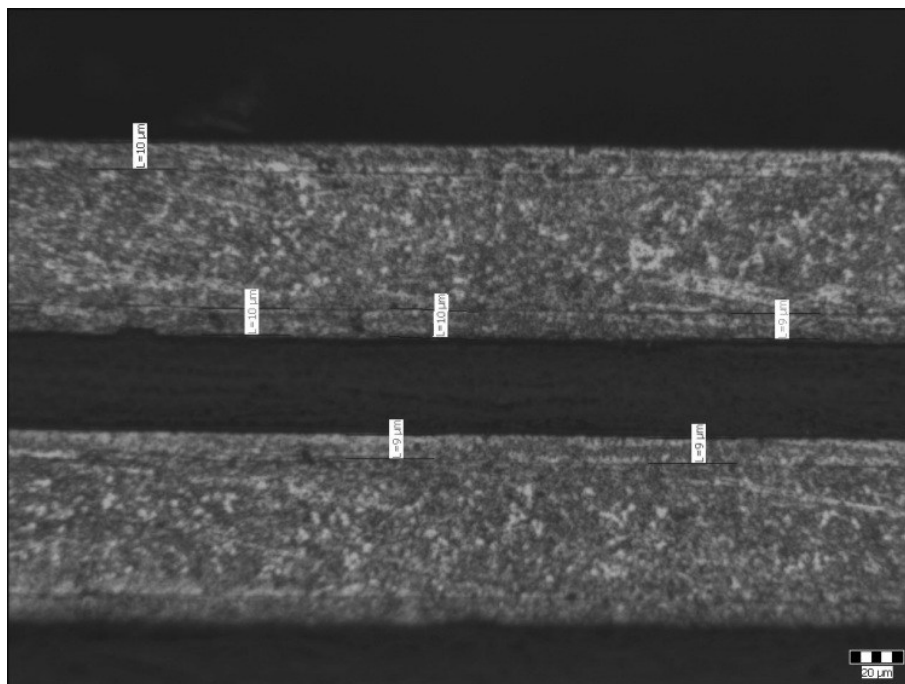


**Obr. 34** Vzorek č. 22 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 35** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 22

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	9	Střední hodnota	8,8	μm
2	9	Sm. odchylka	0,4	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> na zkušebním pásku se vyskytla koroze, nečistoty v povlaku, koroze		
4	9			
5	8			
6	9			

Velice rovnoměrně vyloučený povlak Fe a taktéž i přilnavost povlaku ke zkušebnímu pásku. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $5 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $8,8 \text{ μm}$ .

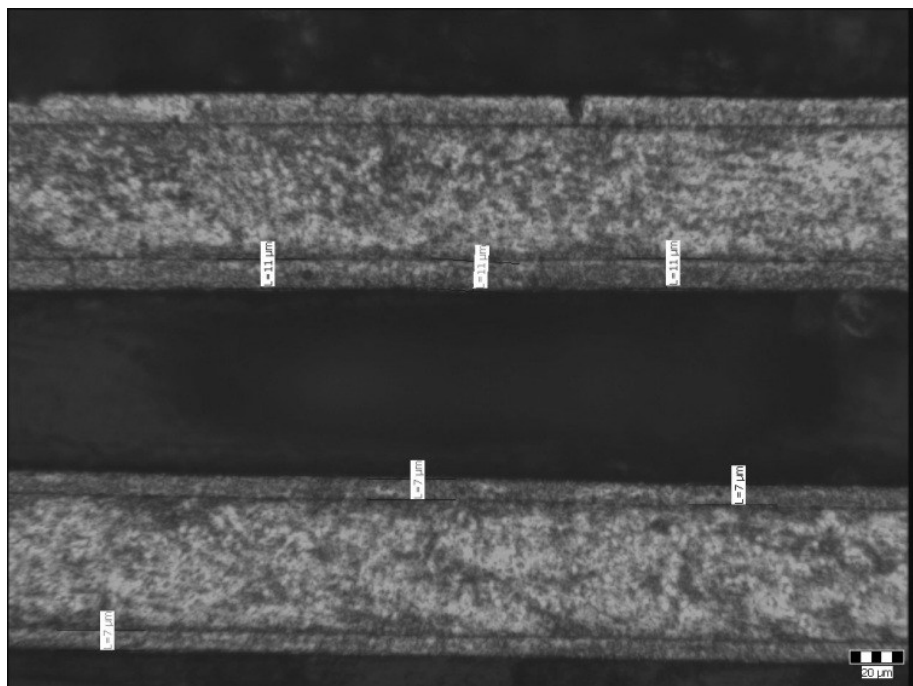


**Obr. 35** Vzorek č. 23 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 36** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 23

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	10	Střední hodnota	9,5	μm
2	10	Sm. odchylka	0,5	μm
3	10	<b>Poznámka:</b> rovnoměrně tloušťka povlaku Fe, místy se objevovaly trhliny		
4	9			
5	9			
6	9			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe bez trhlin. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $7 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $9,5\mu\text{m}$

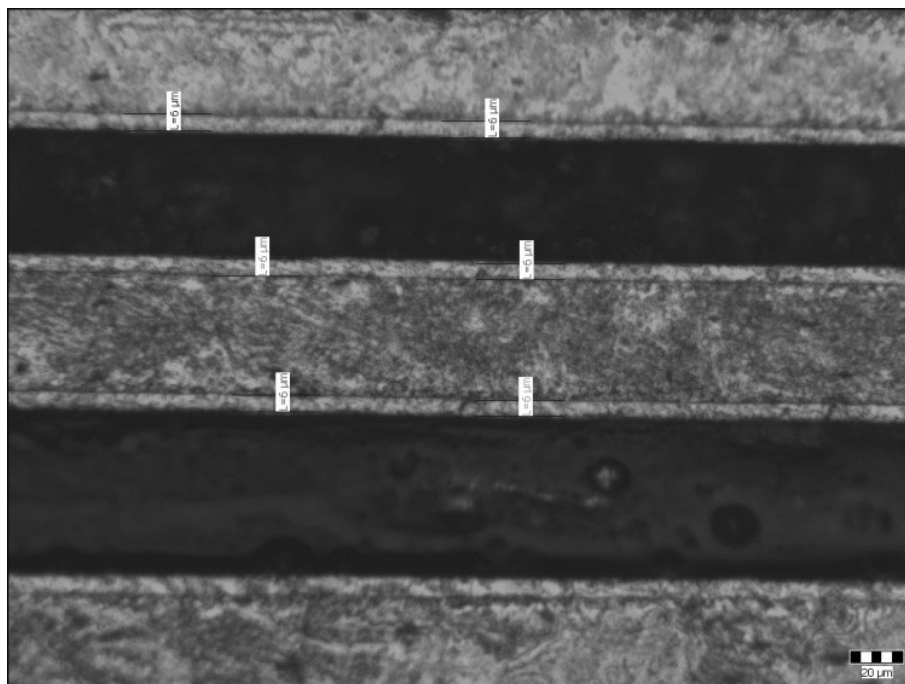


**Obr. 36** Vzorek č. 24 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 37** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 24

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	11	Střední hodnota	9	μm
2	11	Sm. odchylka	2	μm
3	7	<b>Poznámka:</b> nerovnoměrná tloušťka Fe povlaku, místy koroze		
4	11			
5	7			
6	7			

Povlak u tohoto vzorku byl vyloučen nerovnoměrně a objevují se místy trhliny. Nerovnoměrnost vylučování může být způsobena nižší teplotou lázně v kombinaci s vysokou proudovou hustotou. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $80^\circ\text{C}$ . Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $9 \mu\text{m}$ .

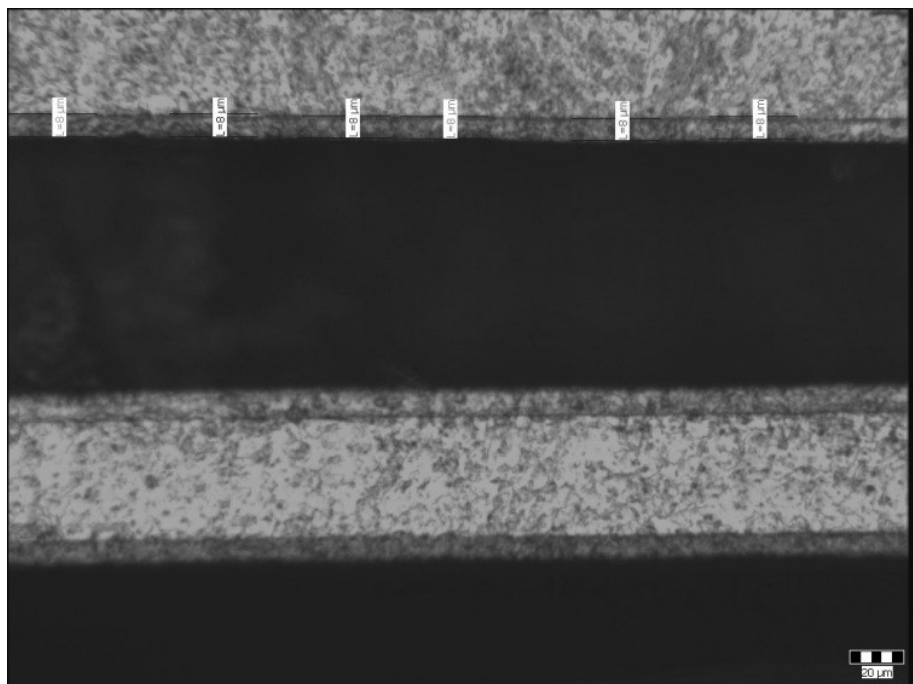


**Obr. 37** Vzorek č. 25 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 38** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 25

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	6	Střední hodnota	6	μm
2	6	Sm. odchylka	0	μm
3	6	<b>Poznámka:</b> velice rovnoměrná tloušťka Fe povlaku, menší tloušťka oproti ostatním vzorkům – může to být způsobeno úpravou chloridového elektrolytu,		
4	6			
5	6			
6	6			

U tohoto vzorku byl povlak Fe velice rovnoměrně vyloučen. Tloušťka povlaku tohoto vzorku je oproti ostatním poněkud menší. Příčinou může být nízká teplota elektrolytu v kombinaci s proudovou hustotou. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $2 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $70^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $6\mu\text{m}$ .

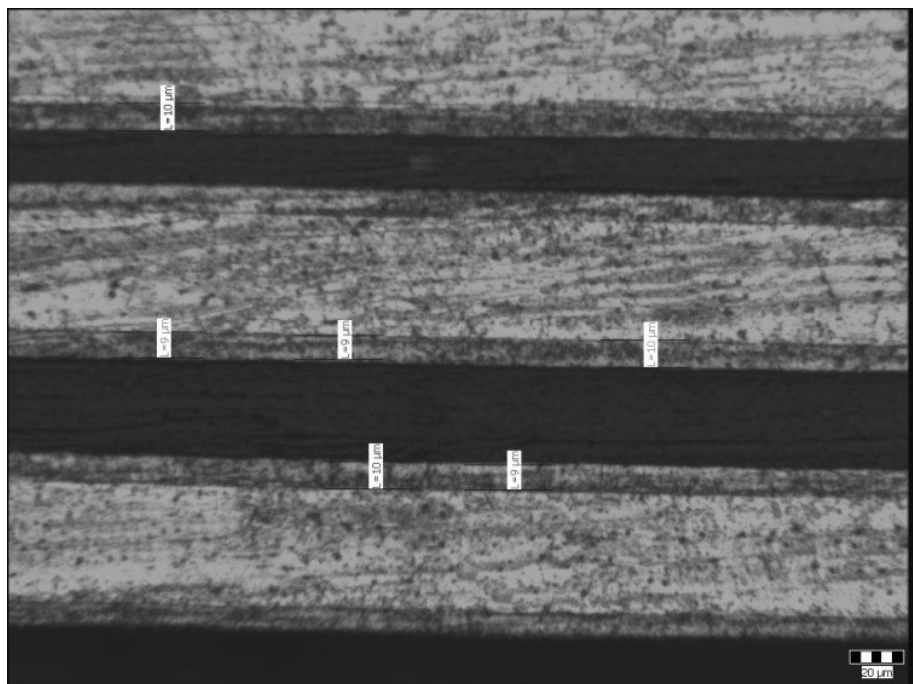


**Obr. 38** Vzorek č. 26 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 39** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 26

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	8	Střední hodnota	8	μm
2	8	Sm. odchylka	0	μm
3	8	<b>Poznámka:</b> velice rovnoměrná tloušťka Fe povlaku, bez koroze, upravený chloridový elektrolyt		
4	8			
5	8			
6	8			

U tohoto vzorku byl povlak Fe velice rovnoměrně vyloučen. Tloušťka povlaku tohoto vzorku je oproti ostatním poněkud menší. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $5 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $70^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $8\mu\text{m}$ .

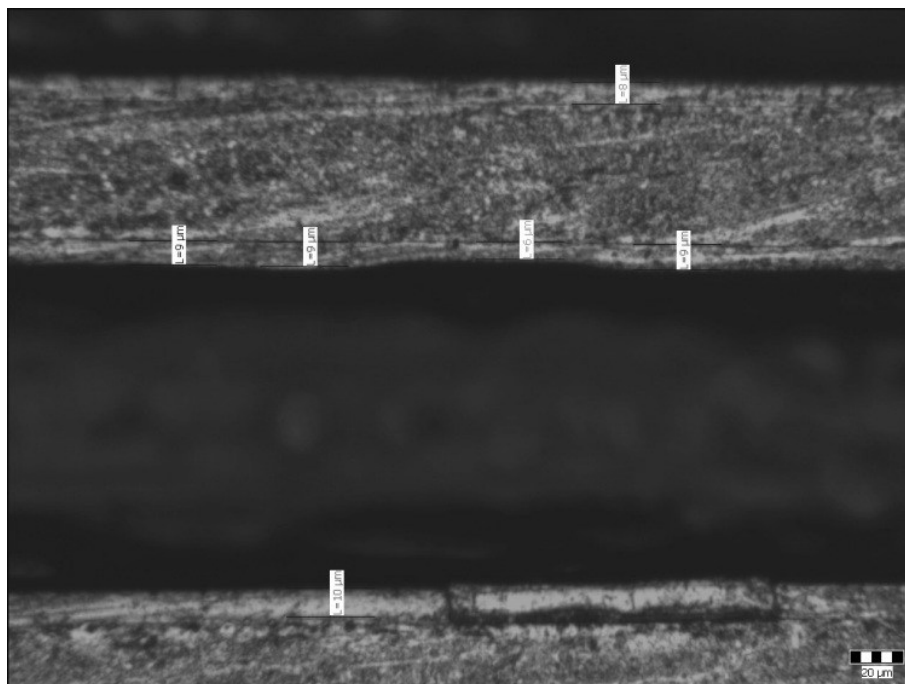


**Obr. 39** Vzorek č. 27 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 40** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 27

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	10	Střední hodnota	9,5	μm
2	9	Sm. odchylka	0,5	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> nečistoty a odlupování povlaku, upravený chloridový elektrolyt		
4	9			
5	10			
6	10			

Rovnoměrná tloušťka Fe povlaku. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $7 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $70^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $9,5\mu\text{m}$ .

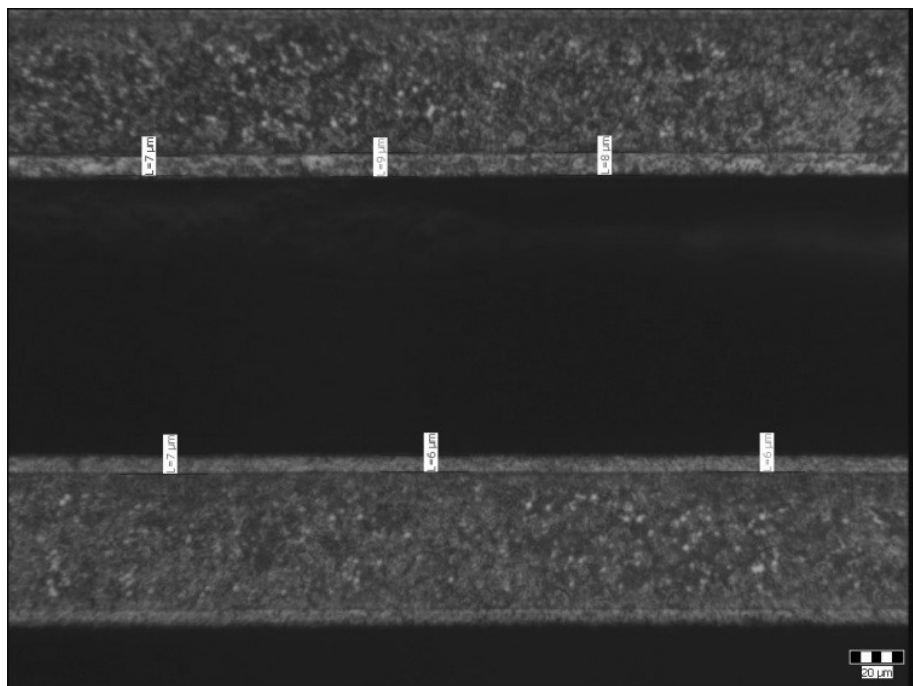


**Obr. 40** Vzorek č. 28 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 41** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 28

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	9	Střední hodnota	8,5	μm
2	8	Sm. odchylka	1,3	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> nerovnoměrně vyloučená vrstva Fe, místy koroze, upravený chloridový elektrolyt		
4	10			
5	9			
6	6			

Povlak u tohoto vzorku byl vyloučen nerovnoměrně a objevují se místy trhliny. Docházelo i k odpadávání povlaku. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, byl zde zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $70^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $8,5\mu\text{m}$ .



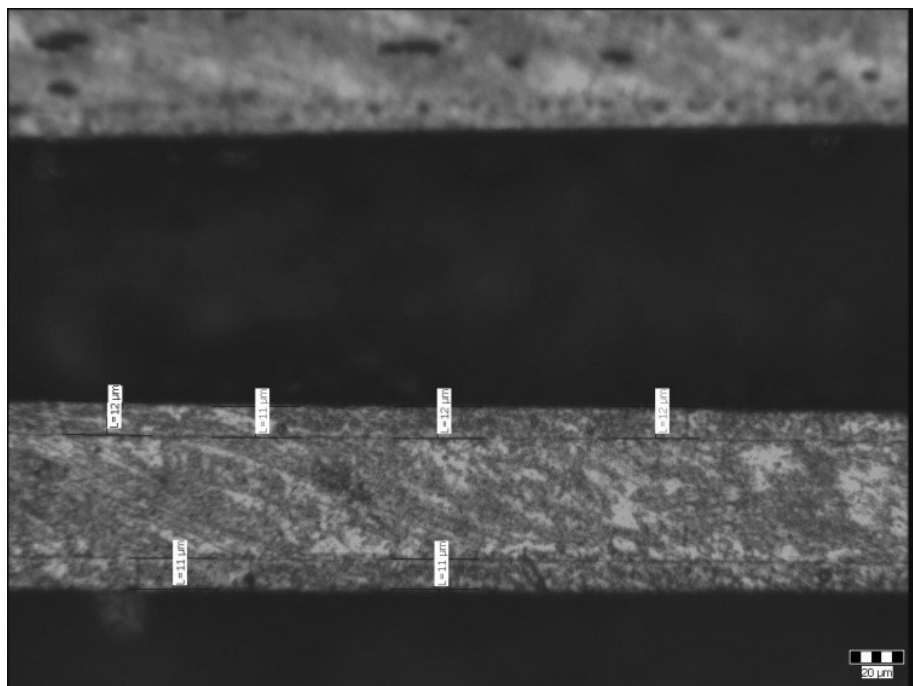
**Obr. 41** Vzorek č. 29 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 42** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 29

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	7	Střední hodnota	7,2	μm
2	9	Sm. odchylka	1,1	μm
3	8	<b>Poznámka:</b> nerovnoměrně vyloučený Fe povlak, nečistoty v povlaku, odlupování, upravený chloridový elektrolyt		
4	7			
5	6			
6	6			

Nerovnoměrně vyloučený povlak. Na krajích zkušebního vzorku docházelo k odpadávání vyloučeného povlaku. Tloušťka povlaku zde byla menší oproti ostatním povlakům vyloučených za stejné teploty. Příčina může být v nízké teplotě elektrolytu a malé proudové hustotě. Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $2 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $7,2 \mu\text{m}$ .



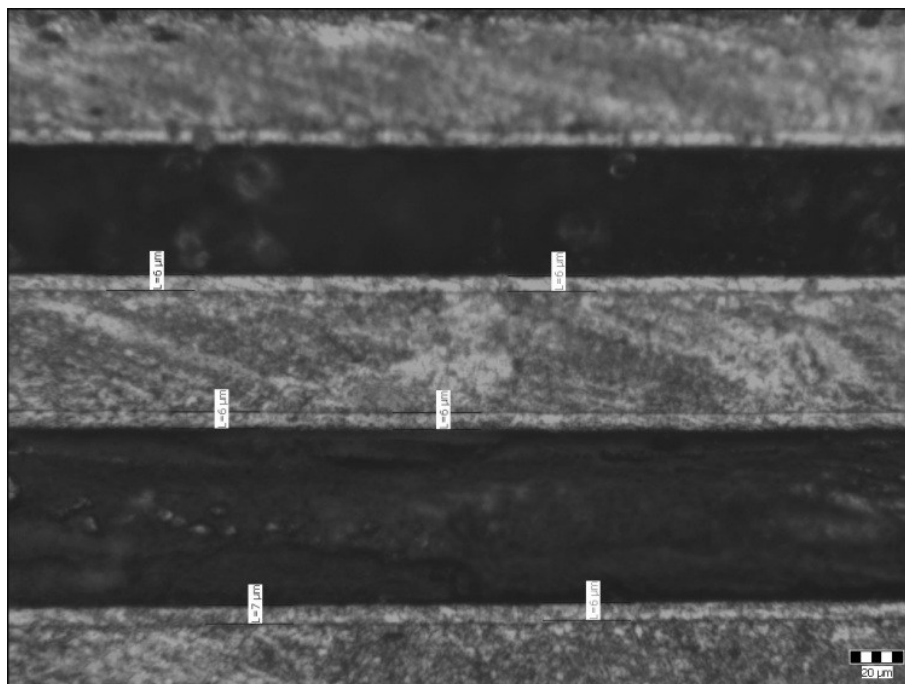


**Obr. 42** Vzorek č. 30 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 43** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 30

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	12	Střední hodnota	11,5	μm
2	11	Sm. odchylka	0,5	μm
3	12	<b>Poznámka:</b> nerovnoměrně vyloučený Fe povlak, místy se vyskytli trhliny, upravený chloridový elektrolyt,		
4	11			
5	11			
6	12			

Povlak byl u tohoto povlaku nerovnoměrný s dobrou přilnavostí ke zkušebnímu pásku. Tloušťka vrstvy byla vyšší oproti ostatním vzorkům vyloučených za stejných teplot. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $5 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $11,5 \mu\text{m}$ .

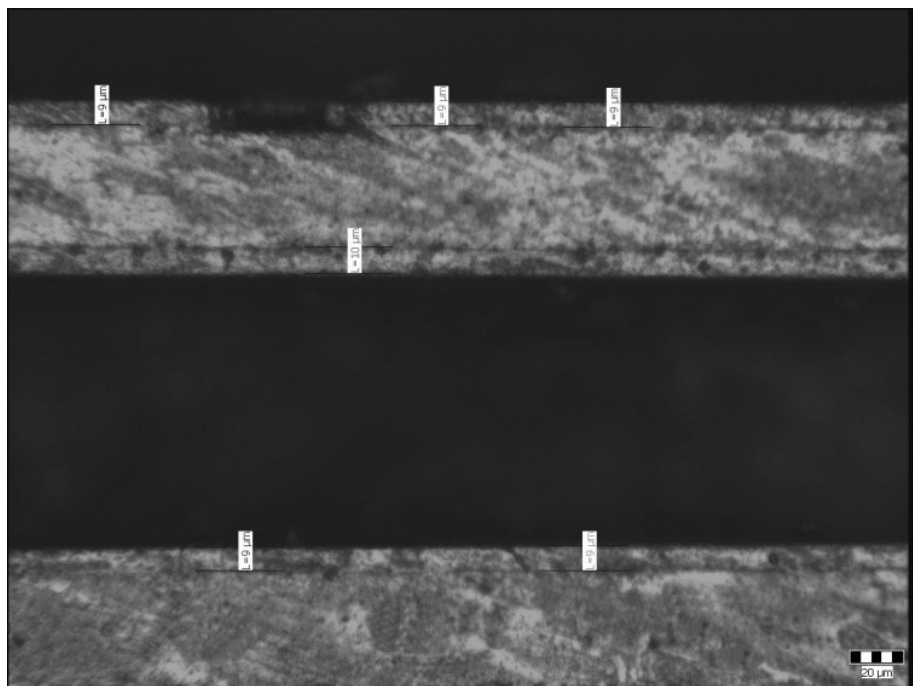


**Obr. 43** Vzorek č. 31 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 44** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 31

Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	6	Střední hodnota	6,2	μm
2	6	Sm. odchylka	0,4	μm
3	6	<b>Poznámka:</b> rovnoměrná tloušťka Fe povlaku, místy se vyskytla koroze, upravený chloridový elektrolyt		
4	6			
5	7			
6	6			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe, kde přilnavost byla také dobrá. Dále zde bylo možné pozorovat vyšší náchylnost na korozi. Tloušťka povlaku zde byla menší oproti ostatním povlakům vyloučených za stejné teploty. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $7 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $6,5 \mu\text{m}$



**Obr. 44** Vzorek č. 32 – tloušťka vyloučené vrstvy z upraveného chloridového elektrolytu  
(M 200:1)

**Tabulka 45** Naměřené hodnoty tlouštěk povlaku u vzorku č. 32

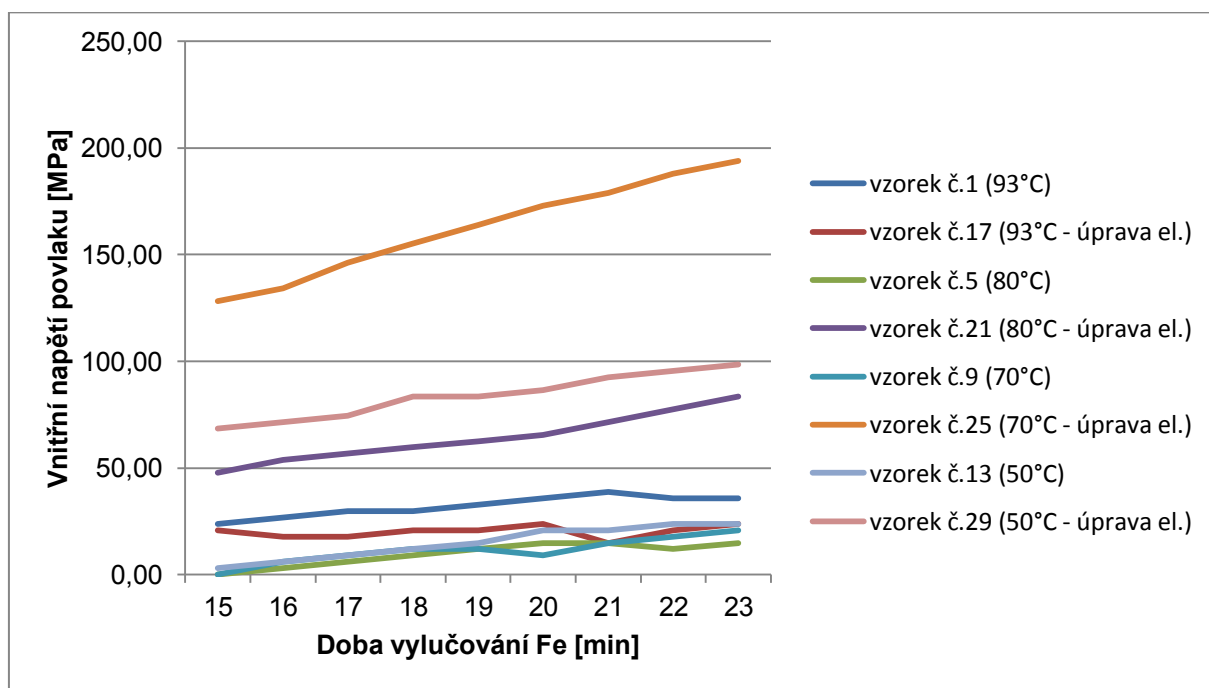
Číslo měření	Hodnota [μm]	Statistiky		
1	9	Střední hodnota	9,2	μm
2	9	Sm. odchylka	0,4	μm
3	9	<b>Poznámka:</b> na povlaku se vyskytla místy koroze, horší přilnavost, trhliny v povlaku		
4	10			
5	9			
6	9			

Rovnoměrně vyloučený povlak Fe je náchylnější na korozi. Tento vzorek byl vyloučen z upravené chloridové lázně, kde byl zvednut obsah  $\text{FeCl}_2$  a  $\text{CaCl}_2$ . Vzorek byl vyloučen při proudové hustotě  $10 \text{ A/dm}^2$  a teplotě  $50^\circ\text{C}$ . Na zkušebním vzorku bylo provedeno několik měření k získání střední hodnoty tloušťky vyloučené Fe vrstvy. Tloušťka povlaku pro tento vzorek byla naměřena  $9,2\mu\text{m}$ .

## 6 Grafy a shrnutí naměřených hodnot

Experimentální část byla provedena se zaměřením na elektrolytické vylučování železa z chloridové lázně. Jednalo se především o zkoušení a nalezení vhodné kombinace parametrů, při kterých by chloridový elektrolyt dokázal pracovat za podstatně nižších teplot a to tak, aby vyloučený Fe povlak svou kvalitou korespondoval s povlaky vyloučenými za standardních vysokoteplotních podmínek. Chloridové lázně obecně pracují za vysokých teplot, které jsou energeticky a ekonomicky náročné, což nám zvyšuje náklady na galvanické pokovení materiálů. Průběh těchto experimentálních činností zaměřených na snížení pracovní teploty lázně a proudové hustoty je podrobně popsán a pro snazší orientaci graficky zpracován.

### 6.1 Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu $2\text{A/dm}^2$



**Graf 1** Vnitřní napětí pro proudovou hustotu  $2\text{A/dm}^2$

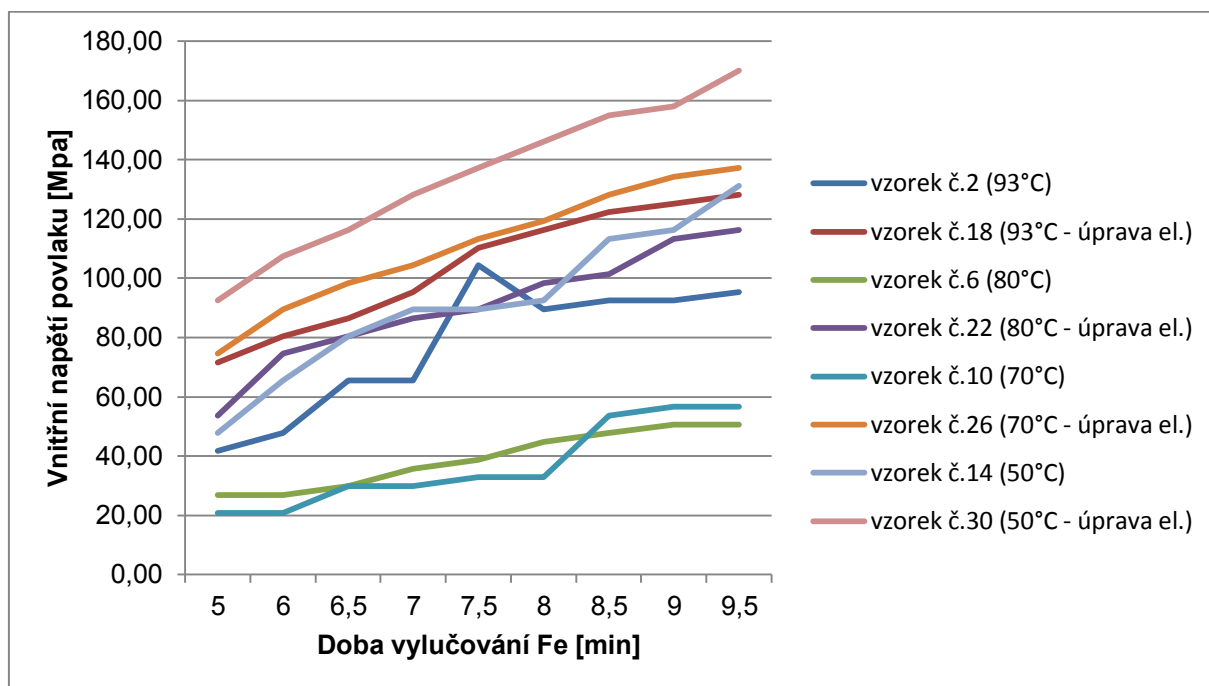
Doba vylučování pro proudovou hustotu  $2\text{A/dm}^2$  byla 23 minut. V 21 minutě měla být teoretická tloušťka povlaku vyloučená z chloridové lázně  $8\text{ }\mu\text{m}$ . Pro výpočet bylo využito matematických vzorců. Z grafu je patrné, že největší vnitřní napětí vykazoval vzorek č. 25,

který byl vyloučen z upraveného chloridového elektrolytu o teplotě 70°C. Naměřena tloušťka Fe povlaku zde byla pouze 6  $\mu\text{m}$ .

Z grafu lze také vypořadovat, že upravený chloridový elektrolyt, který byl použit u vzorků 17 – 32, negativně ovlivnil vnitřní napětí. Se snižující se teplotou chloridového elektrolytu, stoupalo vnitřní napětí v povlaku. Ovšem vzorek č. 17, který byl vyloučen z elektrolytu o teplotě 93°C, vykazoval nižších vnitřních napětí jak vzorek č. 1, který byl vyloučen za stejných parametrů, ale bez úpravy chloridového elektrolytu.

Nejmenšího vnitřního napětí dosahoval vzorek č. 5, který byl vyloučen z lázně o teplotě 80°C. Fe povlak u tohoto vzorku byl vyloučen nerovnoměrně.

## 6.2 Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu 5A/dm<sup>2</sup>



**Graf 2** Vnitřní napětí pro proudovou hustotu 5A/dm<sup>2</sup>

Doba vylučování pro proudovou hustotu 5A/dm<sup>2</sup> byla 9,5 minut. V 8,4 minutě měla být teoretická tloušťka povlaku vyloučená z chloridové lázně 8  $\mu\text{m}$ . Pro výpočet bylo využito matematických vzorců.

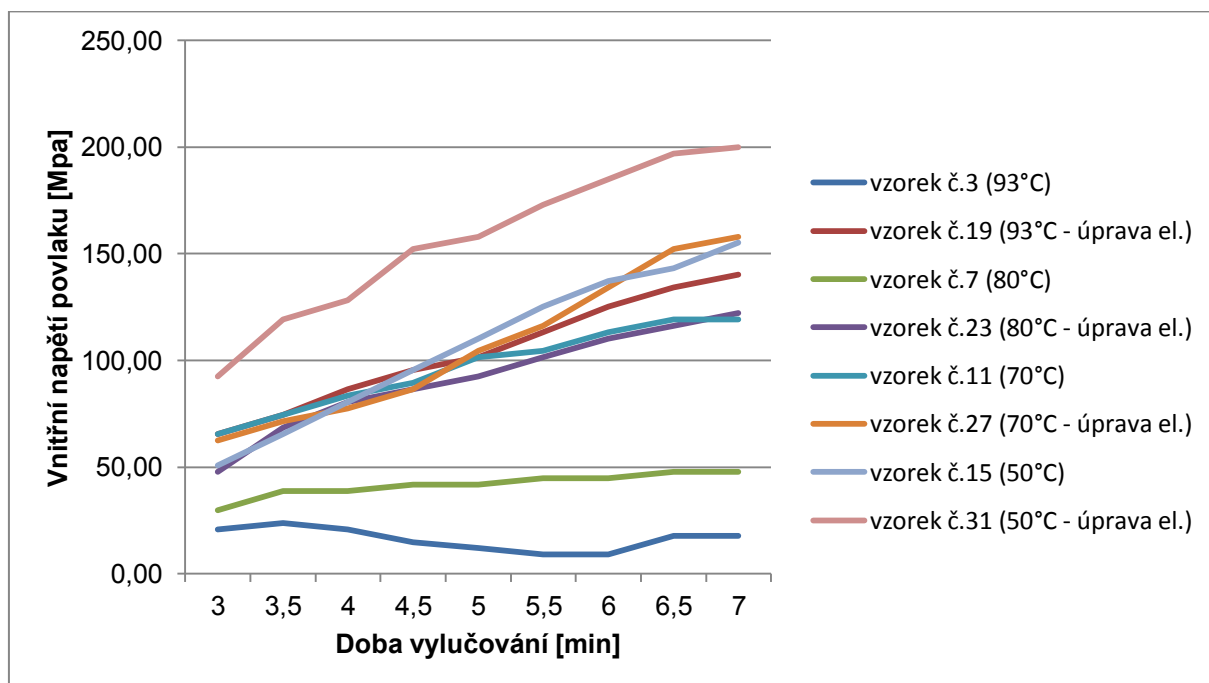
Z grafu je patrné, že největší vnitřní napětí v povlaku bylo u vzorku č. 30, který byl vyloučen z upravené chloridové lázně při teplotě 50°C. Tloušťka povlaku byla u tohoto vzorku naměřena 11,5  $\mu\text{m}$ .

Vzorky 17 - 32, které byly vyloučeny z upraveného chloridového elektrolytu dosahovaly vyšších vnitřních napětí, než vzorky 1 – 16. Vzorek č. 26, který byl vyloučen při teplotě chloridového elektrolytu 70°C, dosahoval velice rovnoměrné tloušťky Fe povlaku, vnitřní napětí je zde poněkud vyšší ovšem kvalita vyloučeného povlaku zde byla na vysoké úrovni.

Nejmenší vnitřní napětí bylo u vzorku č. 6, které byly vyloučeny z chloridové lázně o teplotě lázně 80°C.

Závěrem lze konstatovat, že vzorky vyloučené při proudové hustotě 5A/dm<sup>2</sup> s upraveným elektrolytem, dosahovaly rovnoměrnějšího vylučování povlaku. Rozsah vnitřních napětí se pohyboval od 20MPa do 170MPa.

### 6.3 Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu 7A/dm<sup>2</sup>



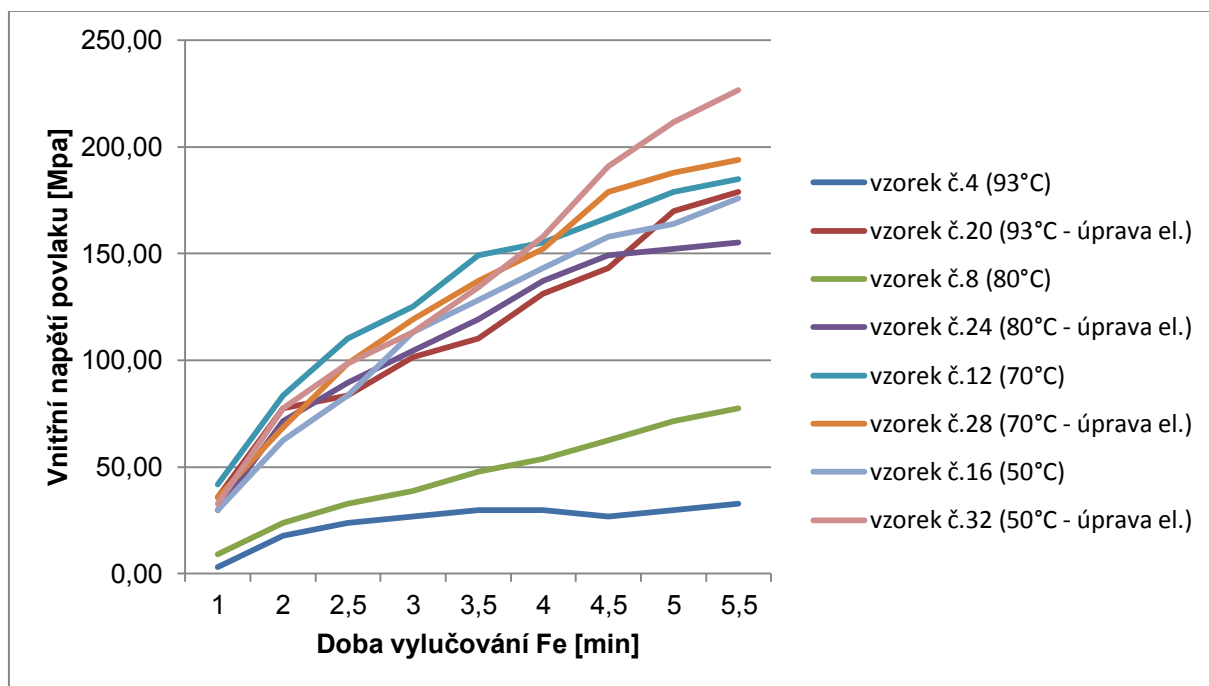
**Graf 3** Vnitřní napětí pro proudovou hustotu 7A/dm<sup>2</sup>

Doba vylučování pro proudovou hustotu  $7\text{A/dm}^2$  byla 7 minut. V 6 minutě měla být teoretická tloušťka povlaku vyloučená z chloridové lázně  $8\text{ }\mu\text{m}$ . Pro výpočet bylo využito matematických vzorců.

Z grafu je patrné, že největší napětí měl vzorek č. 31, který byl vyloučen z upraveného chloridového elektrolytu. Tloušťka povlaku u tohoto vzorku byla naměřena  $6,2\text{ }\mu\text{m}$ . Tloušťka povlaku je poněkud menší oproti ostatním vzorkům vyloučených při stejné proudové hustotě.

Dále lze z grafu vypočítat, že vzorek č. 4, který byl vyloučen z chloridového elektrolytu o teplotě  $93^\circ\text{C}$ , dosáhl nejnižšího vnitřního napětí. Tloušťka Fe povlaku u tohoto vzorku byla  $15,4\text{ }\mu\text{m}$  a vrstva povlaku byla rovnoměrná. Dále u vzorku č. 7, který byl vyloučen z lázně o teplotě  $80^\circ\text{C}$  bylo napětí nižší, ovšem vrstva Fe byla nerovnoměrná.

#### 6.4 Vnitřní napětí Fe povlaku pro proudovou hustotu $10\text{A/dm}^2$



**Graf 4** Vnitřní napětí pro proudovou hustotu  $10\text{A/dm}^2$

Doba vylučování pro proudovou hustotu  $10\text{A/dm}^2$  byla 5,5 minut. V 4,2 minutě měla být teoretická tloušťka povlaku vyloučená z chloridové lázně  $8\text{ }\mu\text{m}$ . Pro výpočet bylo využito matematických vzorců.

Nejnižší napětí v povlaku bylo naměřeno u vzorku č. 4, který byl vyloučen z chloridového elektrolytu při teplotě 93°C. Povlak dosahoval tloušťky 13,8  $\mu\text{m}$ . Vzorek č. 8, který byl vyloučen při teplotě 80°C a proudové hustotě 10A/dm<sup>2</sup>. Tloušťka naměřeného povlaku zde byla 11,6  $\mu\text{m}$ , povlak byl vyloučen rovnoměrně po celé délce s dobrou přilnavostí ke zkušebnímu vzorku.

Z grafu lze vypočítat, že pro zbytek vzorků vyloučených při proudové hustotě 10A/dm<sup>2</sup>, bylo napětí v povlacích podobné. Ovšem u vzorku č. 32, který byl vyloučen z upravené chloridové lázně při teplotě 50°C, bylo napětí v závěru vylučování Fe povlaku nejvyšší. Naměřená tloušťka povlaku zde byla 9,2  $\mu\text{m}$ .

Závěrem lze konstatovat, že po vyhodnocení všech získaných výsledků se jevil jako nejvhodnější kandidát vzorek č. 8, který byl vyloučen při teplotě 80°C a proudové hustotě 10A/dm<sup>2</sup>.



## 7 Závěr

Výsledky experimentální části této práce jsou přehledným podkladem a utvrzením návrhu nejvhodnější technologie, při níž výsledné Fe povlaky dosahují srovnatelných parametrů mechanických a fyzikálních vlastností se standardní, v praxi užívanou, technologií vylučování povlaků z chloridových lázní.

Z řady navržených technologických postupů pracujících s proměnnými parametry, teplotou, proudovou hustotou, dobou vylučování, na základě vizuální kontroly, metalografického šetření a početních metod, byl jako nejvhodnější vyhodnocen technologický postup galvanického železnění aplikovaný na vzorku č. 8, který byl pokovován při teplotě 80°C, proudové hustotě 10 A/dm<sup>2</sup>. Stanovené tloušťky povlaku 8 μm bylo dosaženo po 3,7 minutách pokovování. Srovnání parametrů pokovování etalonového vzorku č. 1, který byl pro naše hodnocení zvolen jako etalon, jehož pokovování proběhlo při nastavení proudové hustoty 2 A/dm<sup>2</sup>, teplotě 93°C, byl pokovován 20 min, než došlo k předepsanému vyloučení tloušťky Fe povlaku 8 μm. Napětí povlaku vzorku č. 8 bylo vyšší než u vzorku č. 1, ovšem během procesu pokovování nedošlo k degradaci povlaku a proto je možné s ohledem na úspory časové tento jev zanedbat, nebo pro případné potřeby praktického využití dále zkoumat.

Navrhnuté parametry chloridové lázně se sníženou pracovní teplotou mají pozitivní vliv na energetickou a ekonomickou náročnost galvanického procesu. Vlivem regulace pracovní teploty lázní dochází ke snížení vzniku objemu procesních výparů lázní a chemikálií. Tím se zvýší ochrana zdraví obsluhy, sníží ekologická zátěž a v neposlední řadě šetří provozně procesní vybavení.

## 8 Seznam použité literatury

- [1] **MOHYLA, M.***Technologie povrchových úprav kovů.* Ostrava : VŠB - TU Ostrava, 1996.
- [2] **KRAUS, V.***Povrchy a jejich úpravy.* Plzeň : ZČU Plzeň, 2004.
- [3] **CYRUS, Z., CHOCHOLOUŠEK, J., KRISTOFORY, F. a VÍTEK, J.***Kurz galvanizérů 1.* Ostrava : VŠB - TU Ostrava, 1996. str. 144.
- [4] **SAFRANEK, WILLIAM.***The properties of electrodeposited metals and alloys. 2nd ed.* Orlando : ., 1986. ISBN 0-936569-00-X.
- [5] **LOWENHEIM, Frederick.***Modern electro-plating. 3rd ed.* New York : ., 1974. str. 789. ISBN 0-471-54968-1.
- [6] **RUML, V., SOUKUP, M.***Galvanické pokovování.* Praha : SNTL, 1981.
- [7] **BARTL, D a MUDROCH, O.***Technologie chemických a elektrochemických povrchových úprav .* Praha : SNTL, 1956. str. 448. Sv. I. díl.
- [8] **DETTNER, H. W. & ELZE, J.***Handbuch der Galvanotechnik, Band II.* Munchen : Carl Hanser Verlag, 1972. str. 444.
- [9] **SZELAG, P., TAITLOVÁ, J., ŠULC, J., KRISTOFORY, F.***Kurz Galvanizérů 2.* Ostrava : VŠB-TU Ostrava, 2001. str. 62.

- [10] **STUERS** – zařízení pro broušení a leštění [online] Dostupná z WWW:  
[http://www.struers.com/default.asp?top\\_id=10&doc\\_id=312](http://www.struers.com/default.asp?top_id=10&doc_id=312)
- [11] **PAKOSTA, M.** *Vnitřní pnutí při galvanickém pokovení* [online] Dostupná z WWW: <http://stc.fs.cvut.cz/pdf/PakostaMichal-325952.pdf>
- [12] **VÍTEK, J., KRISTOFORY, F.** *Základy galvanochemie a fyzikální aspekty galvanického vylučování kovů*. Sborník textů, VŠB-TU Ostrava 1995
- [13] **LANDA, V.** *Galvanisch abgeschiedene dicke Nickel-Eisen-Schichten und ihre Eigenschaften*, *Metelloberfleche*, 38, 1984, 103 s.
- [14] **MAX A.M.** *Iron Plating*, *Metal Finishing Guidebook and Directory*, Vol. 77, No. 13, 1979, 255 p.
- [15] **NEJEDLÝ, P., VÍTEK, J., KRISTOFORY, F.** *Příprava a údržba elektrolytů*. Sborník textů, VŠB-TU Ostrava 1995

## **Poděkování:**

Zvláštní poděkování patří vedoucí diplomové práce paní Ing. Xenii Ševčíkové, za odborné vedení, cenné rady a odborné pomoci při tvorbě této práce.

Dále bych chtěl poděkovat především Ing. P. Nejedlému, za cenné rady a dále za odbornou asistenci při tvorbě experimentální části.

Nemohu opomenout poděkovat také celé své rodině za jejich neocenitelnou podporu, kterou mi poskytovali po celou dobu mého studia.